

**ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ МЕДИЦИНСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ»
МИНИСТЕРСТВА ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

На правах рукописи

Жолудев Денис Сергеевич

**КЛИНИКО – ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОСНОВАНИЕ
ПРИМЕНЕНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО
КЕРАМИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ОКСИДА
АЛЮМИНИЯ ДЛЯ НЕСЪЕМНЫХ ЗУБНЫХ ПРОТЕЗОВ**

Специальность – 14.01.14 – стоматология

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата медицинских наук

Научный руководитель:
Доктор медицинских наук, доцент
Григорьев С.С.
Научный консультант:
Доктор физико – математических
наук, старший научный сотрудник
Панфилов П.Е.

Екатеринбург – 2015

ОГЛАВЛЕНИЕ

	стр.
Введение.....	4
Глава I. Обзор литературы. Применение керамических материалов на основе оксида алюминия: прошлое, настоящее и будущее.....	13
1.1 Состав и классификации керамических материалов, применяемых в протезировании суставов и зубном протезировании.....	13
1.2 Современный взгляд на особенности применения керамических материалов на основе оксидов алюминия и циркония.....	17
1.3. Применение оксида алюминия в стоматологии и дальнейшие перспективы данного направления.....	20
1.4. Методы изучения механических свойств керамических материалов.....	29
1.5. Биологические свойства керамических материалов на основе оксида алюминия. Особенности допуска новых керамических материалов для применения в клинической практике в Российской Федерации.....	32
Глава II. Материалы и методы исследования.....	33
2.1. Программа исследования.....	33
2.2. Материалы экспериментальных исследований.	36
2.3. Материалы клинических исследований.....	40
2.4. Методы механических испытаний	41
2.5. Фармакологические испытания	46
2.6. Клинические испытания.....	54
2.7. Методы статистической обработки полученных результатов исследования.	63
Глава III. Результаты исследования физических и биологических свойств стоматологической керамики на основе оксида алюминия, полученной методом плазменного напыления.....	64
3.1 Разработка реставрационного материала на основе оксида алюминия, полученного методом плазменного напыления	64
3.2 Результаты механических испытаний.....	69
3.3 Результаты фармакологических испытаний.....	79

3.4.	Результаты клинических исследований.....	89
Глава IV	Обсуждение результатов исследования.	104
	ВЫВОДЫ.....	114
	ПРАКТИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ.....	115
	СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ.....	116
	СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	117
	ПРИЛОЖЕНИЯ.	139

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность проблемы. В последние годы в стоматологии все активнее используются цельнокерамические конструкции [2-4, 14, 29, 40, 72, 89-91, 135, 141, 161]. Возрастающие ожидания пациентов получить красивую улыбку привели к развитию протезирования с использованием целого ряда керамических материалов [2, 74, 82, 87, 90, 117, 126, 164]. Ранее цельнокерамические ортопедические конструкции изготавливались только из стеклокерамики, что обеспечивало высокую эстетику [2, 80, 109, 169]. Тем не менее, использование этих видов керамики, из – за их низких прочностных свойств, ограничивались небольшими по протяженности конструкциями в переднем отделе зубного ряда [27, 54, 146, 181, 199]. Для изменения свойств и расширения показаний к применению, в стеклокерамику стали добавляться наполнители [74, 149, 176, 183]. В конце XX века технический прогресс привел к появлению очень прочной чистой оксидной керамики без стеклянной фазы [3, 74, 116, 162]. В зубном протезировании на протяжении ряда лет широко использовалась керамика на основе оксида алюминия, однако, появление более высокого по прочности материала на основе оксида циркония привело к его превалированию над всеми остальными конструкционными эстетическими материалами [78, 118, 133, 149]. Век цифровых технологий способствовал распространению методов CAD – CAM, таких как Cerec in Lab, Everest, Lava, Procera, Cercon, DCS, Digident и др.[23, 33, 70, 87, 115, 129]. Специалисты в области зубного протезирования высокую прочность материала считают наиболее важным свойством при выборе керамики в качестве конструкционного материала [32, 66, 81, 90, 135, 185].

Циркониевые изделия фрезеруются из таких известных керамических блоков, как Cercon (Degudent), Lava (3M), Procera (Nobel Biocare), Hint-Els Zirkon TZO-HiP, Digident (Girrbach), KaVo EVEREST ZH-Blanks (KaVo) и т.д. [42, 60, 116, 118,]. Известно, что основные мировые запасы сырья для получения заготовок из диоксида циркония находятся в Австралии, ЮАР, США и Бразилии

[183]. В Россию данные технологии и материалы поступают из – за рубежа, что существенно повышает себестоимость продукции, а соответственно и стоимость зубных протезов для населения.

Многолетний опыт использования в эстетическом протезировании оксида циркония показал, что имеется значительное количество случаев спонтанных сколов облицовочного материала или переломов всей конструкции зубного протеза [92]. В настоящее время оксид циркония стал терять свое лидирующее положение, как «материал номер один» для безметалловых конструкций [13, 28, 31, 41, 67, 96, 99, 104, 178]. В научной литературе имеются сведения, что, несмотря на добавление стабилизаторов (оксиды церия и иттрия) в состав материалов на основе оксида циркония, возможен его переход из тетрагональной в моноклиналичную фазу. В результате данного процесса происходит упрочнение оксида циркония, и он увеличивается в объеме до 5%. Это способствует погашению энергии трещины. Что касается комбинированных конструкций зубных протезов, то следует учитывать такой факт, что облицовочный слой керамики не может расширяться подобно циркониевому каркасу, и в нем возникают дефекты [2, 108, 111, 132, 162, 191].

К недостаткам конструкций, выполненных из диоксида циркония, следует также отнести низкую когезионную прочность соединения с облицовочным слоем керамики, из-за чего на поверхности циркониевых каркасов возникают трещины и сколы. При точечных нагрузках, возникающих в отдельных фазах жевания из-за недостаточно высокой твердости оксида циркония, каркасы могут сломаться. Более того, изначально свойства циркония изучались в сухих средах, исследования во влажной кислотно-щелочной среде полости рта показали не такие многообещающие результаты. [109, 177, 179].

Эти факты заставляют вернуться к использованию в качестве конструкционного материала оксида алюминия. Данные факты заставляют искать новые варианты решения проблемы цельнокерамического протезирования и призывают обратить внимание на отечественные разработки – в основном, в

области материалов на основе оксида алюминия, что особенно актуально в Уральском регионе. В Российской Федерации в районах Ильменских и Вишнёвых гор Челябинской области, Приполярном и Среднем Урале находятся крупные залежи оксида алюминия, что существенно поможет снизить затраты на производство алюмооксидных стоматологических материалов и их стоимость на выходе [12].

Совершенствование стоматологических материалов и методов с применением отечественных технологий – проблема, на которую в последнее время обращено пристальное внимание ведущих отечественных исследователей в области цифровой стоматологии, углубленное изучение и решение ее актуально на современном уровне развития стоматологии [41 - 44, 72, 87, 88].

Стратегия развития медицинской науки РФ до 2015 года приоритетным направлением обозначает платформу фундаментальных технологий в медицине, интеграцию ученых, ведущих разработки в области стоматологического материаловедения с фундаментальными исследованиями, проводимыми научными структурами Российской Академии наук, объединение в научно-образовательные кластеры [47]. Знакомство с имеющимися в доступной литературе материалами показало, что в последнее время в ряде регионов России при тесном взаимодействии стоматологов с учеными, работающими в НИИ, стали появляться отечественные конкурентноспособные материалы и технологии лечения пациентов с дефектами зубов и зубных рядов [14, 35, 39, 85]. Примерами такого плодотворного сотрудничества могут быть создание материалов и технологий на основе титана и его соединений, диоксида циркония, углерода и т.д. в Пермском крае, появление наноструктурированного отечественного материала «Наноциркон», разработка первой Российской CAD/CAM-системы ОРТИК DENT в г. Москва [9, 34, 60, 66, 68, 84, 86] и ряд других.

Высокая потребность населения в современных видах зубного протезирования, среди которых – безметалловая керамика, где будут использованы отечественные импорт –замещающие технологии и

конкурентноспособные конструкционные материалы и побудили к проведению данного диссертационного исследования.

Цель исследования – обосновать применение для несъемного зубного протезирования наноструктурированного керамического материала на основе оксида алюминия, путем углубленных клинико-экспериментальных исследований.

Задачи исследования:

- 1) Разработать новый отечественный наноструктурированный керамический материал на основе оксида алюминия, позволяющий изготавливать несъемные конструкции зубных протезов с помощью технологии CAD/CAM.
- 2) Изучить физико-механические свойства (в зависимости от температуры гомогенизационного отжига) наноструктурированного керамического материала на основе оксида алюминия. Обосновать возможность применения данного состава для применения в несъемном зубном протезировании и определить оптимальную технологию получения блоков керамического материала для CAD/CAM систем открытого типа.
- 3) Доказать с помощью доклинических токсикологических исследований на лабораторных группах животных отсутствие токсических свойств предложенного керамического материала на основе оксида алюминия.
- 4) Доказать клиническую эффективность и биосовместимость керамического алюмооксидного материала, полученного методом плазменного напыления, при контакте с органами и тканями полости рта на добровольцах в течение шести месяцев наблюдения.

Научная новизна

Разработан новый отечественный наноструктурированный керамический материал на основе оксида алюминия, где впервые использован метод плазменного напыления.

Обосновано, что физико-механические свойства новой отечественной керамики на основе оксида алюминия, полученной методом плазменного напыления, позволяют использовать ее в технологии CAD/CAM изготовления несъемных конструкций зубных протезов.

На основании полученных клинических, биохимических и иммунологических показателей крови лабораторных животных, параметров реакций их поведения, морфологического исследования слюнных доказана биологическая инертность нового наноструктурированного керамического материала на основе оксида алюминия.

Посредством проведенного клинического изучения свойств нового керамического алюмооксидного керамического материала на добровольцах доказана его биосовместимость с организмом человека.

Практическая значимость

Впервые разработана и запатентована технология получения наноструктурированной керамики на основе оксида алюминия методом плазменного напыления для несъемных конструкций зубных протезов.

Новый отечественный наноструктурированный керамический материал на основе оксида алюминия возможно рекомендовать, после оформления надлежащих разрешительных документов, для технологии протезирования несъемными ортопедическими конструкциями, полученными с помощью CAD – SAM метода, что позволит повысить клиническую и экономическую эффективность стоматологического лечения группы пациентов с дефектами зубов и зубных рядов.

Разработанная технология получения и использования новой отечественной керамики на основе оксида алюминия, полученной методом плазменного напыления, вносит вклад в развитие фундаментальных и прикладных аспектов стоматологического материаловедения.

Положения, выносимые на защиту

1. Для получения конструкционной стоматологической керамики на основе оксида алюминия наиболее целесообразно использовать метод плазменного напыления белым электрокорундом на подложку.
2. Предложенная отечественная керамика на основе оксида алюминия, обладает всеми необходимыми механическими свойствами, предъявляемыми к каркасам несъемных конструкций зубных протезов.
3. Клиническими и экспериментальными методами обоснована возможность применения новой отечественной керамики на основе оксида алюминия в клинической практике.

Публикации

По теме диссертации опубликовано 12 научных работ, из них 6 – в ведущих рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ для публикаций основных результатов исследования:

Получено положительное решение на выдачу патента от 23.01.2015г. «Способ получения конструкционной стоматологической керамики на основе оксида алюминия» № 20141106484 от 20.02.2014г.

Диссертационное исследование выполнено в Государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Уральский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения Российской Федерации по основному плану НИР ГБОУ ВПО УГМУ Минздрава России.

Планирование диссертационной работы и разработка ее основных этапов выполнения проводилось в рамках Программы совместной работы Уральского Отделения РАН РФ и научно – образовательного центра «Фундаментальная стоматология».

Тема диссертации утверждена ученым советом ГБОУ ВПО «Уральский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения Российской Федерации, протокол № 4 от 16.11.2012.

Диссертационное исследование выполнялось при поддержке Гранта Российского фонда фундаментальных исследований № 15-08-04073а , а также «Программы поддержки конкурентноспособности Уральского Федерального Университета имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».

Апробация работы

Результаты диссертационного исследования представлены на:

1. 68-й Межвузовской научно-практической конференции молодых ученых студентов с международным участием г. Екатеринбург, 09 апреля 2013г.
2. 69-й Межвузовской научно-практической конференции молодых ученых студентов с международным участием г. Екатеринбург, 09 апреля 2014г.
3. Научно-практической конференции молодых ученых и студентов на английском языке «RESEARCH IN MODERN MEDICINE » (21 марта 2013 г.),
4. Втором Всероссийском рабочем совещании по проблемам фундаментальной стоматологии с научной школой для молодежи (г. Екатеринбург, 11 декабря 2013г.).
5. Финальном этапе конкурса инновационных идей магистрантов и аспирантов вузов Свердловской области «Минута технославы» в рамках Международной промышленной выставки "Иннопром 2014", где занял 2 место (г. Екатеринбург 11 июля 2014г.)
6. Международном конгрессе «Стоматология большого Урала» (г. Екатеринбург, 08 декабря 2014 г.)
7. Третьем Всероссийском рабочем совещании по проблемам фундаментальной стоматологии с научной школой для молодежи (г. Екатеринбург, 09 декабря 2014г.)

Апробация диссертационной работы проведена на заседании проблемной комиссии по стоматологии стоматологического факультета Уральского государственного медицинского университета МЗ РФ (13 марта 2015 г.).

Личное участие автора в выполнении исследования

Работа выполнена на кафедрах терапевтической стоматологии, пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний, ортопедической стоматологии. Доклиническая оценка токсичности, безопасности в применении и исследование свойств керамики на основе оксида алюминия проводилась на базе вивария при кафедрах фармакологии и патологической анатомии (под руководством – д.м.н., профессора Ларионова Л.П., к.м.н., доцента Бердникова Р.Б.) ГБОУ ВПО УГМУ МЗ РФ. Механические испытания проводили в центре коллективного пользования Уральского Федерального университета имени Первого Президента России Б.Н. Ельцина (зав.–д. ф.–м. н., старший научный сотрудник Панфилов П.Е.). Экспериментальная часть исследования реализована в рамках программы совместной работы УрО РАН РФ и НОЦ «Фундаментальная стоматология» в ЗАО «УРАЛИНТЕХ» (директор – к.т.н. Ермаков А.В.).

Автором лично в соответствии с дизайном диссертационного исследования проведено формирование групп лабораторных животных и групп пациентов, набор клинического материала, экспериментальные и лабораторные исследования, статистическая обработка результатов исследования, написание статей и тезисов докладов, диссертации и автореферата. Степень личного участия от 60 до 100%.

Внедрение результатов работы в практику

Результаты, полученные в ходе выполнения диссертационной работы, используются при обучении студентов стоматологического факультета и в постдипломной подготовке интернов, клинических ординаторов и аспирантов на кафедрах пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний, ортопедической стоматологии ГБОУ ВПО УГМУ Министерства здравоохранения

РФ, а также на кафедре ортопедической стоматологии, кафедре терапевтической стоматологии и пропедевтике стоматологических заболеваний ГБОУ ВПО ПГМУ им акад. Е.А. Вагнера МЗ России, кафедрах ортопедической стоматологии ГБОУ ВПО Южно-Уральского ГМУ МЗ России, ГБОУ ВПО БГМУ МЗ РФ.

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа изложена на 149 страницах машинописного текста и состоит из введения, обзора литературы, главы, посвященной описанию материала и методов обследования, главы собственных исследований, обсуждения полученных данных, выводов, практических рекомендаций, указателя литературы и 9 приложений. Иллюстрационный материал состоит из 12 таблиц и 68 рисунков. Список литературы включает 199 публикаций, из которых 90 источников на русском языке 109 - зарубежных авторов.

Благодарности

Приношу свою искреннюю благодарность моему научному руководителю – д.м.н., доценту Григорьеву С.С., моему научному консультанту – д.ф.м.н., профессору Панфилову П.Е., с.н.с., к.ф.м.н. Зайцеву Д.В., д.м.н., профессору Ларионову Л.П., к.м.н., доц. Бердникову Р.Б., генеральному директору ЗАО УРАЛИНТЕХ к.т.н. Ермакову А.В., сотрудникам ЗАО «УРАЛИНТЕХ» Бочегову А.А., Вандышевой И.В., Гроховской Л.Г., Елистратовой Е.Н., патентоведу Кандалинцевой Г.Н., главному врачу многопрофильной стоматологической поликлиники ГБОУ ВПО УГМУ к.м.н., доценту Стати Т.Н., сотрудникам кафедры пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний во главе с д.м.н., доцентом Мандра Ю.В., ортопедической стоматологии во главе с д.м.н., проф. Жолудевым С.Е., терапевтической стоматологии во главе с д.м.н., профессором Ронь Г.И., зубным техникам высшей категории Агаркову Д.А. и Симонову Т.А. за неоценимую помощь, советы и участие при выполнении данной диссертационной работы.

Глава I

ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

ПРИМЕНЕНИЕ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ: ПРОШЛОЕ, НАСТОЯЩЕЕ И БУДУЩЕЕ

1.1. Состав и классификации керамических материалов, применяемых в протезировании суставов и зубном протезировании

Разновидности керамических материалов, применяемых в медицине

В настоящее время в медицине все большей популярностью пользуются материалы, являющиеся биосовместимыми, обладающие прочностью и устойчивые к износу [1, 24, 34, 81, 185]. Биокерамика на основе оксида алюминия, диоксида циркония в настоящее время широко используется в общей ортопедии при протезировании суставов, а в зубном протезировании такие материалы все более становятся востребованными при замещении дефектов зубов и зубных рядов [4, 10, 42, 69, 75, 135, 148, 186].

Цельнокерамические ортопедические конструкции относятся к реставрациям, выполненным полностью из керамики без применения металлических компонентов [10, 44, 66, 90, 107, 140, 170]. Керамические материалы устойчивы к абразии, превосходно проводят свет, обладают абсолютной цветовой стабильностью и способны сделать незаметным переход края керамической реставрации в ткани зуба [60, 87, 105, 148]. Керамические материалы обладают высокой химической инертностью и в сравнении с другими конструкционными материалами нейтральны в полости рта, нерастворимы, следовательно, полностью биосовместимы [20, 148].

Срок службы керамических конструкций в ряде случаев превышает срок службы зубных протезов, изготовленных из благородных металлов и сплавов [2, 29, 87, 184].

Характерным свойством любой стоматологической керамики является ее хрупкость, а также, в сравнении с металлами, низкая способность противостоять деформациям и низкая стойкость к образованию трещин. Керамика способна противостоять высоким нагрузкам на сжатие, однако восприимчива к нагрузкам на изгиб [3, 71].

Существует 2 способа решения этих проблем:

1) улучшение качества фиксации конструкции к тканям зуба (применение адгезивных систем);

2) применение прочных видов керамики.

Оба этих фактора, к сожалению, невозможно сочетать в полной мере.

Адгезивная фиксация прочных видов керамики, применяемых на сегодняшний день в стоматологии, к тканям зуба неосуществима, так как необходимую пористость керамической поверхности можно создать лишь в полевошпатных материалах при действии плавиковой кислоты [29, 34, 46, 51, 75, 111, 120, 167, 184].

Керамические материалы более перспективны в сравнении с металлами и правильный выбор вида конструкции и материала, из которого она будет изготовлена, в каждом клиническом случае являются залогом успеха [8, 24, 26, 27, 36, 37, 61, 81, 97, 100-102, 123, 184].

Классификация керамических материалов по виду конструкций:

- Адгезивно цементируемые вкладки и накладки (1, 2, 5 класс по Black);
- Адгезивно цементируемые частичные коронки (с перекрытием некоторых бугров зубов);
- Адгезивно цементируемые реставрации 4 класса по Black;
- Адгезивно цементируемые виниры для восстановления передней группы зубов и премоляров;
- Адгезивно цементируемые коронки для эндодонтически пролеченных зубов (с ретенцией в пульповой камере без восстановления коронковой части зуба внутриканальными штифтами);

- Адгезивно или традиционно цементируемые одиночные коронки на передние и боковые зубы;
- Адгезивно или традиционно цементируемые мостовидные протезы для передней группы зубов;
- Адгезивно цементируемые конструкции 2-3-звеньевые конструкции типа «Мэрри лэнд» для восстановления одиночных включенных дефектов с применением 1-2 адгезивно цементируемых оральных крылышек;
- Адгезивно или традиционно цементируемые мостовидные протезы для боковой группы зубов;
- Первичные колпачки для телескопической системы фиксации зубных протезов;
- Керамические абатменты;
- Одиночные коронки и мостовидные протезы с опорой на имплантаты [147, 148].

Разновидности стоматологической керамики по микроструктуре

По данному признаку можно выделить 4 основные группы:

1. в стеклянной форме (аморфный состав), не имеющая кристаллической фазы, или **стеклокерамика**;
2. в виде стекла с небольшим количеством веществ в кристаллической фазе, **наполненная стеклокерамика**;
3. в виде материала с кристаллической структурой и небольшим добавлением стекла, **наполненная оксидная керамика**;
4. в виде поликристаллической структуры (с полным отсутствием стекла), **оксидная керамика** [144].

Данные материалы отличаются по эстетическим и прочностным свойствам. Зубы человека имеют уникальные оптические свойства. Важным свойством является их способность отражать и поглощать определенные волны света. Глазом этот эффект воспринимается в виде различных зон прозрачности на

поверхности зубов. Для того, чтобы с помощью конструкционных материалов воссоздать данный эффект и максимально эстетично заместить естественные ткани зубов, поврежденные или утраченные по ряду причин, необходимо применение керамических масс, обладающих схожей прозрачностью. Существует прямо пропорциональная зависимость прозрачности керамики от ее прочности. К сожалению, конструкции зубных протезов, полностью выполненные из максимально эстетичной стеклокерамики, обладают повышенной хрупкостью [66, 106, 122, 148, 184]. Поэтому, когда речь идет о реставрациях, рассчитанных на высокие нагрузки (особенно жевательная группа зубов, протезирование включенных зубных дефектов мостовидными протезами), предполагается применение более прочных видов керамики (оксидная керамика и наполненная оксидная керамика). При повышенных требованиях к эстетике оксидные виды керамики используются в качестве каркасов конструкций, которые затем облицовываются менее прочной стеклокерамикой [26, 81, 97, 121, 170].

Классификация керамических систем по методу изготовления зубных протезов [144, 183, 190].

Исходным материалом любой цельнокерамической конструкции зубного протеза является керамический порошок, которому придают необходимую форму разными методами. Конкретный тип метода обработки керамического материала, и способ ее проведения (ручной или машинный) зависит от типа используемой керамики.

Методы изготовления зубных протезов из стоматологической керамики можно поделить на следующие основные группы:

- 1) Системы порошок-жидкость. Послойное нанесение.
- 2) Прессованная керамика.
- 3) Шликерное литье.
- 4) Метод фрезерования.

В связи с существенным развитием компьютерных технологий на сегодняшний день самым перспективным считается метод фрезерования.

Фрезерование керамических изделий проводится в соответствии с данными, полученными в результате компьютерной обработки и виртуального моделирования по сканированным оттискам [88, 156, 168, 189].

Для данного процесса существует аббревиатура CAD/CAM: Computer Aided Design – компьютерное проектирование; Computer Aided Manufacturing – компьютерное изготовление).

Каждая CAD/CAM – система включает в себя три основных этапа: сканирование, моделирование и фрезерование.

Наиболее часто CAD/CAM системами фрезеруется диоксид циркония. Оксидная керамика выпускается в виде блоков различной формы и размеров, из которых вытачиваются различные ортопедические конструкции [45, 142, 155, 160, 163, 171, 187].

1.2. Современный взгляд на особенности применения керамических материалов на основе оксидов алюминия и циркония

Как уже было отмечено ранее, при выборе конструкционных материалов с повышенными прочностными свойствами следует использовать оксидные виды керамики.

На сегодняшний день, из оксидных видов керамики наиболее популярен во всем мире диоксид циркония. Он стал настолько популярен в стоматологии, что большинство цельнокерамических одиночных коронок, мостовидных протезов как передней, так и боковой группы зубов, абатментов, коронок и мостовидных протезов на имплантатах изготавливаются именно из него [138, 151].

Наиболее часто каркасы зубных протезов на основе диоксида циркония изготавливаются методом CAD –CAM путем фрезерования из циркониевых блоков чаще всего округлой формы. Принцип получения таких блоков заключается в прессовании в заготовленные формы под давлением (более 1000 бар) частиц оксида циркония. В зависимости от времени и температуры спекания частиц керамики выпускаются как полностью спеченные блоки, так и не

полностью спеченные блоки с твердостью 55-70% от конечных показателей [95, 103, 118, 136, 147]. Предпочтение отдается не полностью спеченным или «сырым» блокам, так как из них легче изготавливать конструкции методом вычитания (вытачивания). При этом, после фрезерования конструкции подвергаются высокотемпературному обжигу с приданием конструкции зубного протеза окончательной твердости. При этом усадка материала может составлять до 20%. С учетом данного фактора, конструкции зубных протезов вытачиваются из блоков материала с большими размерами на величину предполагаемой усадки [24, 65, 115, 165, 176, 192].

Материалы на основе оксида алюминия, ввиду их меньшей прочности, некоторые из клиницистов и зубных техников считают неперспективными [34, 42, 46, 83, 91, 145, 185]. В то же время, многочисленные литературные данные свидетельствуют, что за период использования диоксида циркония в стоматологической практике в различных странах мира, были замечены частые сколы облицовочного слоя керамики, а также случаи растрескивания конструкций [164, 170, 173, 174, 177]. Причина сколов облицовки заключается в низкой адгезивной способности поверхности диоксида циркония. Так как блоки из диоксида циркония выпускаются лишь посредством термопрессования, их поверхность имеет гладкий однородный вид, а пористость на всем протяжении минимальна [98, 109, 135]. Перед облицовкой керамической облицовочной массой каркаса диоксид – циркониевого протеза, а также перед фиксацией зубного протеза на опорные зубы, поверхности конструкции обрабатываются корундовым песком в пескоструйном аппарате, а также закругляются алмазными борами. Такая обработка поверхностей недостаточна для полноценной связи циркония как с облицовкой, так и, например, с тканями зуба. И именно поэтому, адгезивная фиксация оксидной керамики неосуществима [130, 146, 178, 194].

Как известно, диоксид циркония наиболее прочен в тетрагональной фазе, при этом при остывании до комнатной температуры он переходит в менее прочную моноклиналиную фазу. Для сохранения максимального количества

частиц циркония в тетрагональной фазе при комнатной температуре необходимо наличие какого-то стабилизатора. Чаще всего для этого добавляются оксиды иттрия, церия, алюминия (0.25-1 % по весу). Тем не менее, имеются исследования, где доказано, что во влажной среде полости рта происходят реакции гидролиза стабилизирующих добавок, особенно оксида иттрия. В результате может наступить падение концентрации стабилизатора, что ведет к спонтанному трансформированию частиц диоксида циркония в моноклиналиную фазу [92, 93].

В результате таких фазовых превращений происходит локальное увеличение объема диоксида циркония до 5%. Облицовочный слой полевошпатной керамики не в состоянии компенсировать подобные нагрузки, являясь более хрупким и менее гибким материалом, в результате чего происходит его скол. Также увеличение диоксида циркония в объеме может вызывать напряжение во всей конструкции, точно фиксированной к культе зуба и особенно к циркониевым абатментам [132, 144, 179, 192].

Guazzato M. и соавт. [125] подробно изучили процессы при пескоструйной обработке каркасов на основе диоксида циркония перед этапом фиксации и влияние сошлифовывания внутренней поверхности. На такое воздействие диоксид циркония также переходит в моноклиналиную фазу. Данный эффект носит локальный характер и некоторыми авторами расценивается, как эффект упрочнения. В результате фазового трансформирования частиц диоксида циркония образуется компрессионная нагрузка, препятствующая распространению микротрещин и повышающая прочность диоксида циркония на изгиб. Тем не менее, при сошлифовывании и пескоструйной обработке также накапливается внутреннее напряжение в каркасе из диоксида циркония, что в будущем приведет к его сколу [126, 133, 147, 199].

При использовании керамики на основе оксида алюминия гранулы керамики более стабильны в сравнении с цирконием и не подвергаются фазовым переходам

в условиях полости рта. Единственным недостатком является меньшая прочность керамики на основе оксида алюминия на изгиб.

Все больше стоматологов отказываются от диоксида циркония, применяя в качестве материала для каркасов оксид алюминия. Тем не менее, блоки, выпускаемые на основе оксида алюминия для CAD-CAM систем под зарубежными наименованиями Sirona In Coris AL (Sirona Dental), Nobel Procera Alumina (Nobel Biocare) и др., продаются по достаточно высокой цене, схожей с циркониевыми и другими блоками [33, 74, 110, 137]. Более того, способ получения CAD-CAM блоков на основе оксида алюминия, также основан на термопрессовании частиц оксида алюминия под давлением, что ведет к получению материалов низкой пористости с низкой адгезивной способностью [127-129].

Таким образом, стоматологи, не желая рисковать, зачастую выбирают более зарекомендовавший себя модный на сегодняшний день диоксид циркония для изготовления высокопрочных керамических конструкций [2, 23, 55, 96, 104, 112, 117, 133, 143, 149].

1.3. Применение оксида алюминия в стоматологии и дальнейшие перспективы данного направления

Сырьевая база для получения керамических материалов на основе оксида алюминия

Следует отметить, что именно на Урале сосредоточены огромные залежи минералов на основе оксида алюминия.

В мире всего семь бокситоносных районов: Центральная и Западная Африка в основном залежи в Гвинее; Южная Америка: Венесуэла, Бразилия, Суринам, Гайана; Центральная Америка: Ямайка; Океания и юг Азии: Индия, Австралия; Китай; Средиземноморье: Турция и Греция; Россия: Урал. Данный географический аспект открывает огромные перспективы для очищения и переработки отечественного сырья с дальнейшим внедрением в

стоматологический рынок собственного производства, что существенно снизит себестоимость изготовления конструкций [12].

Безусловно, высокая сравнительная хрупкость оксида алюминия на изгиб является противопоказанием для изготовления многозвеньевых высокопрочных конструкций из него, и требуются дальнейшие исследования. Тем не менее, прочностных показателей оксида алюминия вполне достаточно для применения его в качестве материала для одиночных конструкций.

Методы получения керамических материалов на основе оксида алюминия в промышленности

В настоящее время конструкционную стоматологическую керамику на основе оксида алюминия получают путём прессования порошкообразных масс, содержащих оксид алюминия, с последующим спеканием [157].

Известен способ получения керамики из оксида алюминия без введения спекающих добавок методом горячего изостатического прессования. В процессе горячего изостатического прессования реализуется одновременное воздействие на обрабатываемый материал температуры (как в процессе спекания) и давления. В существующих технологических схемах горячего изостатического прессования для получения керамических деталей при формировании заготовок используют, в основном, шликерное литье [14, 16, 21, 32, 67].

Способ горячего изостатического прессования отличается большой технической сложностью, исходный материал, имеет размер зерен менее 3 мкм, но с уменьшением размеров фракций возрастает количество примесей. Кроме того, в процессе горячего изостатического прессования состав химических элементов прессуемого материала не изменяется, т.е. количество примесей в конечном продукте не уменьшается, что не позволяет улучшить биосовместимость полученной стоматологической керамики [15, 38, 39].

Во время процесса одноосного прессования возникает эффект трения керамических частиц между собой и со стенками формы, что приводит к

неоднородности материала из-за разной плотности материала на разных участках формируемого блока. Для улучшения механических свойств плотноспечённой керамики размер зёрен исходного материала должен быть минимальным, так как с повышением дисперсности материала увеличиваются его суммарная поверхностная энергия и контактная площадь соприкосновения зерен, возрастает дефектность строения, что создает более благоприятные условия спекания. Однако, чем мельче размер зёрен исходного материала, тем выше процентный состав примесей в нём [18, 35, 152].

Кроме того, поликристаллический оксид алюминия – это сырой или необожженный глинозём. Зерна сырого или необожженного глинозема имеют своеобразную структуру. Это не монолитные беспористые кристаллы, а своеобразные скопления мельчайших кристалликов α -и γ - Al_2O_3 размером менее 0,1 мкм. При нагревании γ - Al_2O_3 переходит необратимо в α -форму. Переход этот совершается довольно медленно начиная с 1100-1200°C и полностью завершается при 1450°C. Переход из γ -в α -форму сопровождается объемным сжатием, которое для данного материала составляет 14,3%, т.е при спекании материал даёт большую усадку [141, 150].

Кроме того, формование керамического блока прессованием с последующим спеканием не позволяет использовать в качестве исходного материала электрокорунд, а именно: белый электрокорунд, обладающий минимальным количеством примесей, поскольку при одинаковой дисперсности с сырым или необожженным глинозёмом (поликристаллический оксид алюминия) электрокорунд спекается хуже и при более высоких температурах [130, 159, 169].

На сегодняшний день в промышленности возможно для получения керамики на основе оксида алюминия использовать метод плазменного напыления. Суть метода заключается в напылении частиц оксида алюминия на какой-либо сердечник из металла. В результате получается гомогенный прочный материал с пористостью порядка 10%. Такая пористость не существенно снижает прочность материала, однако эта особенность может способствовать росту качества адгезии

конструкций, выполненных из такого материала, как к зубам, так и к облицовочному слою керамики [146, 149].

В результате чего реализуются два принципа: может быть получена высокопрочная керамика с возможностью ее адгезивной фиксации.

Применение оксида алюминия в стоматологии

С начала 70-х XX века произошел большой прогресс в технике восстановления зубов с использованием керамических материалов. Оксид алюминия использовался в стоматологии для изготовления корневых штифтов, ортодонтических брекетов, зубных имплантаты, коронок и мостовидных протезов и керамических абатментов. Высокопрочная керамика из оксида алюминия показана во всех отделах полости рта для колпачков и каркасов цельных коронок и несъемных протезов [113]. Оксид алюминия используется для повышения прочности стоматологических керамик на протяжении более чем четырех десятилетий [119].

В настоящее время механические свойства представителей биомедицинского класса глинозема (форма оксида алюминия (Al_2O_3), по данным литературы, составляют:

Прочность на изгиб - 500 МПа

Прочность на сжатие - 4100 МПа

Вязкость разрушения - 4 МПа·м^{1/2}

Модуль Юнга - 380 ГПа

Коэффициент теплового расширения - 8×10^{-6} 1 /К

Однако, несмотря на такие уникальные свойства и перспективу использования оксида алюминия в качестве конструкционного материала, следует учитывать, что для такой керамики характерны трещины (что свойственно любой керамике), легко распространяющиеся внутри керамического слоя, особенно во время ударов, даже в тех случаях, когда ударная нагрузка ниже прочностных возможностей керамического материала [109, 135].

В настоящее время существует множество технологических возможностей предупреждать возникновение и рост трещин в структуре керамического слоя. Это возможно благодаря объединению микротрещин (создание мостиков), отражение или преобразование, то есть трансформация внутренних напряжений. Проведенные во всем мире исследования этой проблемы способствовали тому, что сформировалось два основных подхода к решению данной проблемы:

1. Изменение микроструктуры керамики;
2. Создание особых составов (композиций) керамических материалов [61, 101, 140].

Ортодонтические брекеты

Керамические брекеты на основе оксида алюминия представлены с 1980-х годов, они имеют множество преимуществ по сравнению с традиционными с точки зрения эстетики. Они обеспечивают более высокую прочность, большую устойчивость к износу и деформации, лучшую стабильность цвета и, самое главное для пациента, улучшенную эстетику. [139].

Стоматологические имплантаты

В 1976 году Schulte и Heimke представили Tubingen иммедиа-имплантаты, которые могли быть использованы для немедленного восстановления удаленных или утраченных зубов, и были сделаны из керамики на основе оксида алюминия [144, 179]. Дальнейшие исследования различных систем имплантатов с использованием оксида алюминия показали меньшую связь имплантата с костной тканью по сравнению с титаном [96], а также снижение выживаемости [193]. Остеоинтегрированные зубные имплантаты использовались с 80-х годов в реабилитации частично и полностью беззубых пациентов [146]. В некоторых случаях, жертвуя эстетикой использовались металлические абатменты для протезирования на таких имплантатах [127]. Однако, по данным современной литературы, на сегодняшний день не продается больше ни одной системы имплантатов, где конструкционным материалом служит оксид алюминия. В

последнее время Bioceram (монокристаллический сапфир) имплантаты были также сняты с рынка.

В последнее время, Tanaka S. и соавт. [177] сообщили, что Ce-TZP / Al₂O₃ нанокомпозит показал сравнительно высокую сопротивляемость к циклическим нагрузкам. Они указали, что Ce-TZP/Al₂O₃ нанокомпозит является перспективным материалом для изготовления дентальных имплантатов.

Наполнитель для стоматологических композитов и костных цементных материалов

Несколько исследований были опубликованы в связи с композитами, содержащими оксид алюминия /Бис-GMA, для применения в качестве костного цемента, в которых размер частиц порошка оксида алюминия составляет около 10 мкм [107]. По сравнению с традиционными костными цементами, в которых PMMA смешивается с порошком гидроксиапатита; композиты на основе оксида алюминия/ Бис-GMA показывают превосходные механические свойства и остеокондуктивность. Asglar K. [96] в своем исследовании сравнивал композиты из кремния / Бис-GMA и из алюминия/Бис-GMA, последние из которых имеют лучшую остеокондуктивность. Эти исследования показали, что оксид алюминия имеет превосходную биосовместимость.

Совсем недавно, оксид алюминия также стал использоваться в качестве наполнителя для укрепления стоматологических композитов для реставраций. Оксид алюминия с более высоким модулем упругости (370 ГПа) является вполне пригодным для увеличения прочности стоматологических композитов. Модуль упругости и прочность композиционных материалов может быть увеличен с относительно низким объемным содержанием алюминия по сравнению с композитами, усиленных с помощью кварцевого стекла. Поэтому, использование ультра-жестких наполнителей, таких, как оксид алюминия, особенно в наноразмерах, является рациональной стратегией для улучшения упругих свойств стоматологических композитов [194].

Каркасный материал для несъемных зубных протезов

В 1982 году McLaren представил частичные несъемные протезы на основе оксида алюминия, фиксированные к платине для снижения риска перелома в области соединителей, в то время как традиционный металлический литой каркас отсутствовал.

Тем не менее, эти реставрации продемонстрировали высокую частоту переломов в области соединителей [147-149]. С тех пор, дальнейшие разработки стоматологической керамики привели к введению новых высокопрочных керамик для цельнокерамических несъемных зубных протезов.

В 1988 году на стоматологическом рынке была представлена алюмооксидная керамика, инфильтрованная стеклом (In-Ceram Alumina) с содержанием алюминия около 85% под брендом In-Ceram (Vita Zahnfabrik) с прочностью на изгиб 400-500 МПа [161]. Данный вид керамики отличается от наполненной и ненаполненной стеклокерамики значительно превосходящей по крепости связью частиц (кристаллов). Система разработана в качестве альтернативы одиночным металлокерамическим конструкциям для замены металлического каркаса на более эстетичный керамический [17]. Позже были выпущены другие виды оксидной керамики – Vita In-Ceram Spinell и Vita In-Ceram Zirconia (Vita Zahnfabrik), дополняющие In Ceram Alumina.

Чтобы сформировать каркас коронки или мостовидного протеза из данного материала, глина на основе оксида алюминия наносится на огнеупорную модель (дубликат рабочей модели в лаборатории), после чего спекается без образования усадки в течение 2 часов при температуре 1120°C. Образованная в результате этого пористая матрица инфильтруется расплавленным лантанным стеклом при температуре 1110°C в течение 4 - 6 часов. Поры матрицы керамики заполняются, и материал становится предельно твердым [147].

Кроме наборов для изготовления в зуботехнической лаборатории, оксидная наполненная керамика выпускается в виде предварительно спеченных In-Ceram

блоков, из которых вытачиваются готовые конструкции (Cad-Cam системы Ceres, InLab, DCS и т.д.).

Процесс фрезерования блока занимает 30-40 минут. Предварительно спеченные керамические блоки показали отличные свойства, более высокая капиллярность радикально снижает время обжига и инфильтрации стеклом после выпиливания конструкции, уменьшая время изготовления окончательного продукта, в то время как качество керамики остается таким же высоким [94].

Исследования показали, что оксид алюминия, инфильтрованный стеклом (In-Ceram®) имеет прочность на изгиб до четырех раз больше, чем у традиционных керамик. Авторы пришли к выводу что, оказалось возможным изготовить цельнокерамические несъемные протезы, в случаях потери не только передней, но также и задней группы зубов. Они, однако, подчеркнули, что были необходимы долгосрочные последующие клинические исследования для установления целесообразности таких рекомендаций [99, 116, 124, 153].

Следующее поколение алюмооксидной керамики, созданное в начале 1990-х, характеризуется высокой чистотой, полной плотностью и тонкой микроструктурой [111, 146]. Содержание оксида в такой керамике достигает 98-99%. Спеченная монофазная керамика получается методом прямого спекания кристаллов без наполнения кристаллической матрицы, в результате чего получается твердая, воздухо- и стеклонесодержащая структура. Для придания высокой механической прочности, устойчивости к температурным и коррозионным воздействиям в состав оксидной керамики входят бориды, карбиды, нитриды, титаниты и иттрий.

Первый твердый поликристаллический каркасный материал стал выпускаться под названием Procera All Ceram Allumina (Nobel Biocare) шведского производства в виде керамических Cad-Cam блоков с плотностью 99,5% , прочностью на изгиб до 700 МПа и содержанием алюминия до 99.5% [130, 141, 144, 146, 159, 169]. Вязкость разрушения для этого материала составляет от 4,48 до 6 МПа·м^{1/2} [104]. В Великобритании разработали систему Techceram

(Techceram) на основе оксида алюминия по аналогу Procera All Ceram Allumina. Также компанией Vita был произведен аналог Vita In-Ceram Al. Каркас, изготовленный из такой алюмооксидной керамики, затем облицовывается стеклокерамикой [191]. Алюмооксидная керамика отличается от циркония большей светопропускаемостью, а ее прочность позволяет конкурировать с каркасами металлокерамических коронок. Прочность на изгиб материалов на основе Al_2O_3 приравнивается к прочности циркониевой керамики, полученной по системе In-Ceram [154, 158].

Чистая оксидная керамика выпускается только в виде спеченных при $1600^{\circ}C$ и «сырых» (спеченных при более низкой температуре) блоков округлой и квадратной формы, из которых методом CAD-CAM фрезеруются каркасы ортопедических конструкций. Фрезерование каркасов из «сырых» блоков менее затратное. Однако, после спекания каркасов, происходит их объемная усадка до 20%, что важно учитывать на этапе их моделировки [146].

Другие исследователи использовали 35% частично стабилизированного циркония с оксидной керамикой, инфильтрованной стеклом для применения в качестве каркасного материала. Результаты испытаний прочности на изгиб материала оказались в диапазоне от 421 до 800 МПа [114, 135, 162]. Трещиностойкость для стекло-инфильтрированного каркасного материала на основе циркония / алюминия, колеблется между 6 и 8 МПа·м^{1/2} [166, 172, 182, 185].

Ворба М. и др. [99] испытали надежность каркаса на основе оксида алюминия, подверженного тесту механического старения. Они обнаружили, что старение снижало прочность оксида алюминия, как и предполагалось по оценкам надежности, подтверждающим гипотезу исследования.

Fonseca R.G. и др. [116] сравнивали остаточное напряжение в облицовочной керамике, нанесенной на три разных поликристаллических керамических каркасных материала: Y-TZP, поликристаллический оксид алюминия (AL) и цирконий, упрочненный оксидом алюминия (ZTA). Образцы Y-TZP

продемонстрировали меньшие величины остаточного напряжения, чем образцы AL и образцы ZTA.

1.4. Методы изучения механических свойств керамических материалов

При изучении механических свойств материалов необходимо учитывать то, какие нагрузки будут испытывать конструкции и в каких средах они эксплуатируются. По схемам воздействующих сил механические испытания подразделяются на: одноосное растяжение / сжатие, изгиб, сдвиг и кручение или по тому, каким нагрузкам может подвергаться конструкция при эксплуатации. Скорость приложения нагрузки также выбирается по этому принципу. Эти обстоятельства учитывают при выборе схемы нагружения образцов в лабораторных условиях. Частным случаем сжатия является точечное нагружение образца твердым индентором или индентирование [25, 31].

Зубы человека подвергаются в основном сжимающим нагрузкам, включая точечные, кроме зубов передней группы, которые подвергаются изгибу. От воздействия агрессивной среды полости рта дентин зубов защищен зубной эмалью. Поэтому, при механических испытаниях твердых тканей зубов и стоматологических ортопедических материалов, в качестве деформационных схем выбирают одноосное сжатие, изгиб и индентирование. Как правило, испытания лабораторных образцов проводятся на воздухе, поскольку такие стоматологические керамики как оксид алюминия инертны к действию среды полости рта. В отличие от таких конструкционных материалов как металлы и сплавы, твердые ткани зубов имеют сложное строение, а свойства стоматологических керамических материалов зависят того, как строго соблюдается технология их приготовления. При испытании таких материалов особое внимание уделяют достоверности полученных результатов, которая обеспечивается точностью соблюдения формы образцов и большим количеством испытанных образцов [8, 30].

При испытаниях на сжатие нагрузка прикладывается к параллельным поверхностям образца. При данной схеме используют образцы либо круглого, либо квадратного сечения, их высота может варьироваться в широких пределах, но для получения данных по поведению материала в условиях сжимающих нагрузок, она не должна превышать диаметра / диагонали сечения. Последнее исключает изгибание и кручение образца в процессе приложения нагрузки. Как правило, эту схему используют для механических испытаний хрупких недеформируемых образцов, которые невозможно подвергнуть растяжению [31, 48]. Испытания образцов проводят до появления на диаграмме сжатия (кривой упрочнения) резкого перегиба (падения нагрузки), соответствующего началу разрушения образца (появлению трещины). Анализ деформационных кривых позволяет определить деформацию до разрушения и величину механического напряжения, при котором происходит разрушение образца (предел прочности). Кроме того, если на кривой имеется линейный участок, на котором происходит обратимая деформация образца, то по его наклону можно определить упругие модули материала (например, модуль Юнга) (рис.1.1.).

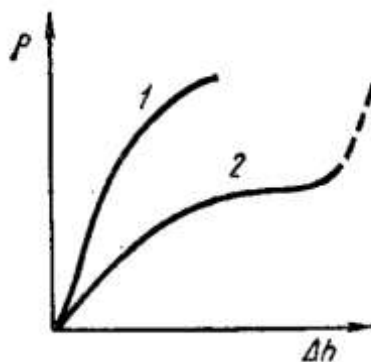


Рисунок 1.1 – Диаграмма сжатия материала.

Для испытаний на изгиб используют образцы прямоугольной формы, у которых одна из сторон не менее, чем на порядок превышает две другие. Для реализации такой геометрии используют либо трехточечную, либо четырехточечную схему, когда образец складывают на подложку их двух

треугольных призм (см. рис.1.2.), а нагрузку прикладывают к треугольной призме или двум треугольным призмам, расположенным между призмами подложки. В первом случае, такая схема называется трехточечным изгибом, а во втором – четырехточечным.

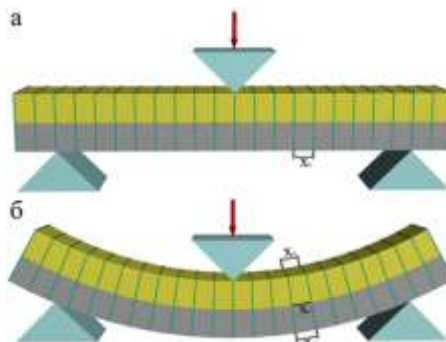


Рисунок 1.2 - Схема трехточечного изгиба испытываемого керамического материала:

а) до нагрузки, б) – после приложения нагрузки

Для испытания хрупких недеформируемых материалов используют схему трехточечного изгиба. По деформационной кривой для таких материалов определяют деформацию до разрушения или стрелу прогиба и напряжение, при котором происходит разрушение образца.

Схема точечного нагружения моделирует нагрузки, которые испытывают зубы при пережевывании грубой пищи. Результаты таких испытаний зависят от геометрии твердого индентора и его линейных размеров, поэтому иногда точечное нагружение разделяют на индентирование и микроиндентирование. Если в качестве индентора используется алмазная пирамидка с углом 136° между противоположными гранями и размерами 25 мкм , то такие испытания называются микроиндентированием по Виккерсу [50, 52, 82. 84]. По этой схеме определяется твердость материала по Виккерсу – характеристика суммарного сопротивления поверхностного слоя внедрению алмазной пирамидки. Измеряется размер диагонали отпечатка пирамидки на поверхности образца и по его величине и величине приложенной нагрузки определяется искомая характеристика материала:

$$H^{\text{Виккерс}} = 9,8 \times 1854 \times P / C^2 \text{ Н/мм}^2 \text{ (МПа)},$$

где P – нагрузка (z), C – диагональ отпечатка (10^{-3} мм).

1.5. Биологические свойства керамических материалов на основе оксида алюминия. Особенности допуска новых керамических материалов для применения в клинической практике в Российской Федерации

Как любой стоматологический материал, керамика на основе оксида алюминия является изделием медицинского назначения и проходит ряд испытаний в соответствие с «Национальным стандартом - ГОСТ Р 52770-2007», утвержденным Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 октября 2007 г. N 281-ст и вступившим в действие с 01 июля 2008 года [18].

Знакомство с доступной нам литературой позволило выяснить, что керамика на основе оксида алюминия обладает превосходной биосовместимостью как с экспериментальными животными, так и с организмом человека [9, 22, 57, 120, 145, 164, 167, 178].

Заключение:

Анализ доступной нам литературы позволил установить, что в последнее время отмечается тенденция расширения использования в стоматологии материалов на основе оксида алюминия, чему способствовали достижения в химической промышленности: возможности синтеза и успехи нанотехнологий позволяют использовать данный материал в различных композициях, используемых в различных областях стоматологии.

Использование технологии плазменного напыления по сравнению с ранее используемым методом термопрессования раскрывает перед оксидом алюминия широкое использование в зубном протезировании. Изучению возможности использования в зубном протезировании блоков из оксида алюминия, полученных методом плазменного напыления и посвящено наше научное исследование.

Глава II.

Материалы и методы исследования

2.1. Программа исследования

Создание нового отечественного наноструктурированного керамического материала на основе оксида алюминия проведено на основе Договоров № 01-2010 от 23.04.2010 г. о сотрудничестве между Учреждением Российской академии наук Уральским отделением РАН и Группой Компаний «Драгоценные Металлы Урала», куда входит ЗАО «УРАЛИНТЕХ», а также Договоров от 10.01.2012 года между кафедрами пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний, кафедрой ортопедической стоматологии ГБОУ ВПО УГМУ и ЗАО «УРАЛИНТЕХ». В рамках данных соглашений создан творческий коллектив, которым предложена и впервые применена технология плазменного напыления для получения из фракций химически чистого электрокорунда новый керамический материал для изготовления несъемных зубных протезов методом CAD/CAM (Положительное решение от 23.01.2015г. на выдачу патента на изобретение на заявку № 2014106484 Российская Федерация «Способ получения конструкционной стоматологической изобретение керамики на основе оксида алюминия» /А.В. Ермаков, А.А. Бочегов, И.В. Вандышева, Д.С. Жолудев, С.Е. Жолудев, С.С. Григорьев.- Заявл. 20.02.2014).

Изучение состава, физико – механических свойств проводилось в центре коллективного пользования Уральского Федерального университета имени Первого Президента России Б.Н. Ельцина (зав.– д. ф.–м. н., старший научный сотрудник Панфилов П.Е.) и на базе ЗАО «УРАЛИНТЕХ» (директор – к.т.н. Ермаков А.В.).

Экспериментальное доклиническое исследование нового отечественного наноструктурированного керамического материала на основе оксида алюминия проведено с целью изучения его общего и местного воздействия, оценки безопасности его применения и установления биологического эффекта,

вызываемого материалом в живых системах. Эксперимент на лабораторных животных реализован на кафедре фармакологии и клинической фармакологии ГБОУ ВПО УГМУ Минздрава России под руководством д.м.н., проф. Ларионова Л.П. Морфологические исследования проводились доцентом кафедры патологической анатомии ГБОУ ВПО УГМУ Минздрава к.м.н., доцентом Бердниковым Р.Г.

Клиническое изучение безопасности нового керамического материала на основе оксида алюминия проведены на ограниченном числе добровольцев на базе ортопедического отделения многопрофильной стоматологической поликлиники ГБОУ ВПО УГМУ МЗ РФ. Морфофункциональное состояние буккальных эпителиоцитов исследовалось на кафедре микробиологии, вирусологии и иммунологии ГБОУ ВПО УГМУ МЗ РФ.

Отработка методики фрезерования конструкций из нового керамического материала, подбор технологии нанесения облицовочного слоя керамики, оценка точности прилегания конструкций проведены на базе ортопедического отделения многопрофильной стоматологической поликлиники ГБОУ ВПО УГМУ МЗ РФ.

Клинические испытания с изготовлением пациентам одиночных коронок с применением в качестве каркасного материала новой отечественной керамики проведены на базе ортопедического отделения многопрофильной стоматологической поликлиники ГБОУ ВПО УГМУ МЗ РФ с исполнением технической части в ООО «Зуботехническая лаборатория Д.Е.Л.».

На всех этапах исследования статистическая значимость промежуточных и конечных результатов, достоверность выдвинутых гипотез тестировалась методами параметрической и непараметрической статистики. Результаты исследования сформулированы в выводах и послужили основой для практических рекомендаций.

Программа исследования представлена на рис.2.1.

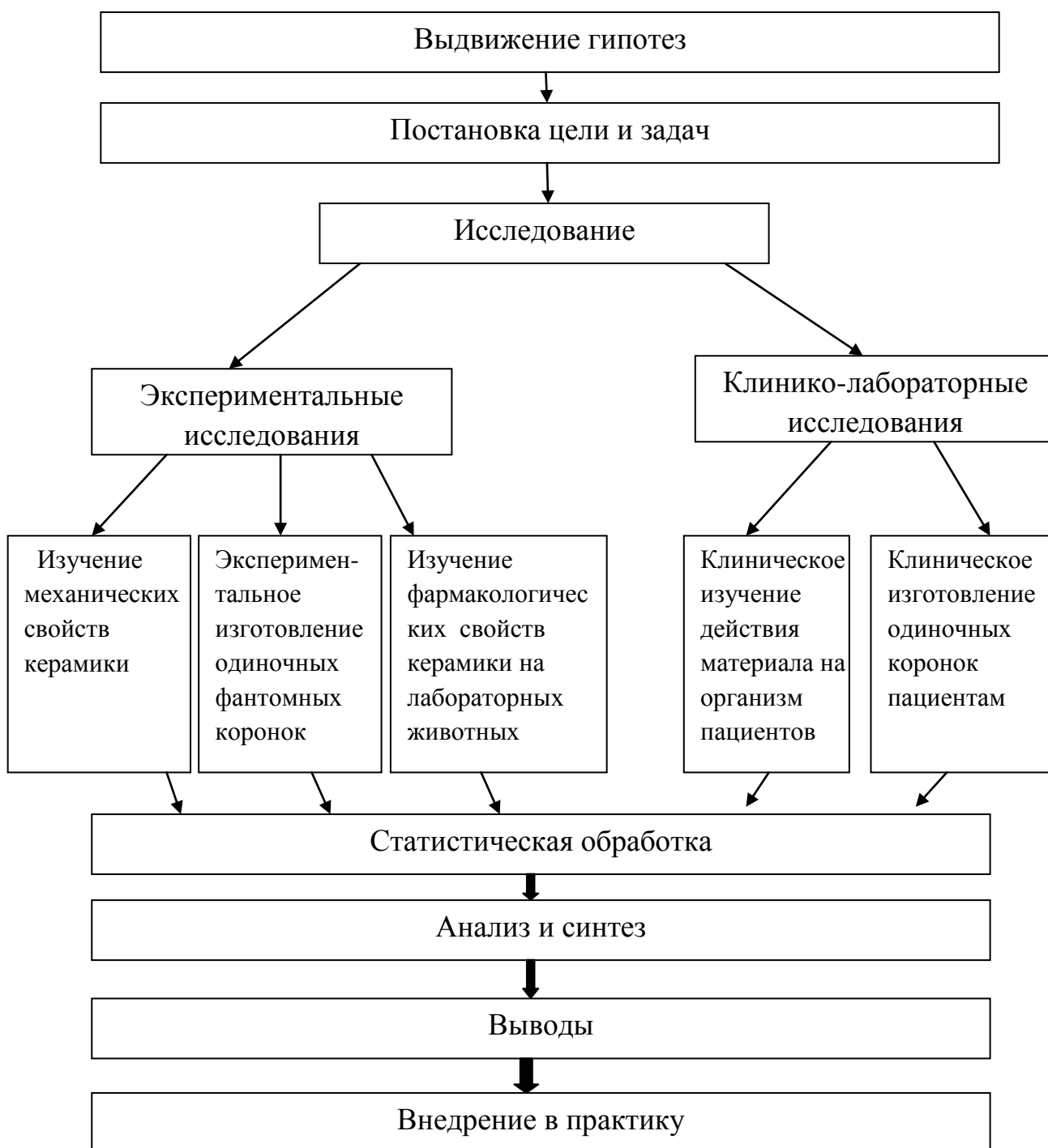


Рисунок 2.1 - Программа исследования.

2.2 Материалы экспериментальных исследований

Материалы механических испытаний

Исследования проводили на керамике Al_2O_3 , полученной методом плазменного напыления, в исследовательской лаборатории ЗАО «УРАЛИНТЕХ». Полученные заготовки подвергали отжигам в электромуфельной печи на воздухе при температурах $1200^{\circ}C$, $1400^{\circ}C$, $1600^{\circ}C$ с экспозицией 2 часа. Скорость нагрева/охлаждения – $200^{\circ}C/час$. Для резки заготовок на образцы для всех испытаний использовался алмазный диск, установленный на инструментальном микроскопе МИ-2, оснащенный двухкоординатным предметным столиком (точность перемещения 5 мкм) с возможностью поворота на 120° (рис.2.2. а). Во время резки с обеих сторон алмазного диска подводилась вода для охлаждения и очистки поверхности образца от продуктов резки. Диск приводился в движение электромотором мощностью 200Вт со скоростью вращения 5000 об/мин.



а



б

Рисунок 2.2 - Устройства для резки и полировки образцов: а) двухкоординатная установка для резки образцов алмазным диском, созданная на основе микроскопа БМИ-6; б) –шлифовальный станок для придания образцам необходимой формы

Полученные образцы подвергались шлифованию (рис.2.2.б), их фотографировали и обмеряли на инструментальном микроскопе УИМ 21 (точность 1 мкм).

Образцы для испытаний на одноосное сжатие имели форму параллелепипеда размерами $3 \times 3 \times 2 \text{ мм}^3$ (рис. 2. 3.), образцы для испытаний на трехточечный изгиб и

точечное нагружение (микроиндентирование по Виккерсу) имели форму параллелепипеда размерами $10 \times 2 \times 1$ мм³ (рис. 2.4). Для проведения механических испытаний по схеме **одноосного сжатия** и **трехточечного изгиба** было подготовлено две серии по три группы образцов для каждой схемы испытания - 10 штук в каждой, различающихся температурами отжига (2 часа по 1200 °С, 1400 °С и 1600 °С). Определение **микротвердости образцов по Виккерсу** проводили также на образцах, подготовленных для трехточечного изгиба

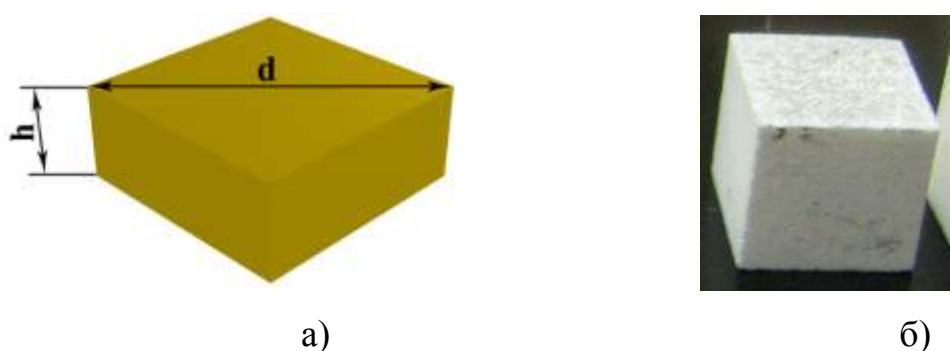


Рисунок 2.3 – Образцы из керамики Al_2O_3 для испытаний на сжатие а)- геометрия образцов б)- фото образца керамического материала

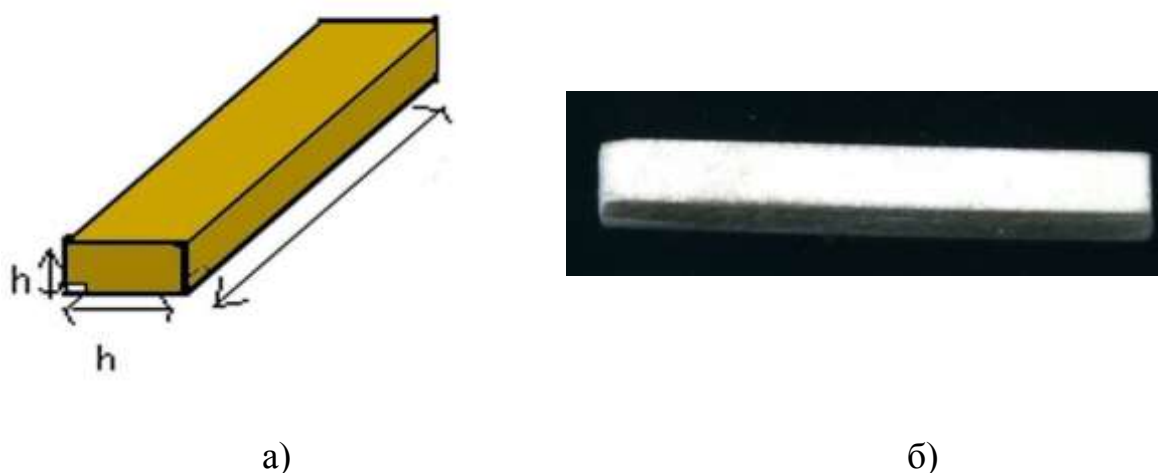


Рисунок 2.4 – Образцы из керамики Al_2O_3 для испытаний на трехточечный изгиб: а) – геометрия образцов б) образец керамического материала на основе оксида алюминия, полученного на ЗАО «УРАЛИНТЕХ»

Для оценки прочностных свойств облицовочного слоя и **прочности соединения облицовочного слоя** с керамикой, в зависимости от обработки поверхности керамического каркаса, было подготовлено 4 группы образцов по 5 штук в каждой из керамики производства УРАЛИНТЕХ, имеющих форму параллелепипеда размером $5 \times 5 \times 2$ мм³ (рис.2.5).



Рис. 2.5 - Образцы разработанной керамики с нанесенной массой Vita VM7

Образцы прошли предварительный гомогенизационный отжиг при температуре 1200°C в течение 2 часов. Далее поверхности образцов подвергалась следующим обработкам. **В первой группе** поверхность образцов пескоструили частицами оксида алюминия размером 50 мкм, после чего ее подвергли травлению в 5% плавиковой кислоте IPS Ceramic Etching Gel (Ivoclar Vivadent) в течение 60с. **Во второй группе** образцы подвергались травлению в 5% плавиковой кислоте IPS Ceramic Etching Gel (Ivoclar Vivadent) в течение 60с. **В третьей** поверхность образцов пескоструили частицами оксида алюминия размером 50 мкм. **Четвертая группа** составляла группу сравнения, в ней образцы были в исходном состоянии. После обработок, образцы из оксида алюминия обезжировали в медицинском этиловом спирте, после чего на них наносили облицовочную керамическую массу Vita VM7 Base Dentine 3M2 равномерным слоем толщиной 0.5 мм. Далее образцы подвергали отжигу при 900°C , согласно инструкции производителя.

Для **определения усадки, плотности и пористости** керамических образцов после отжигх было подготовлено 3 группы образцов по 10 штук в каждой, с температурами гомогенизационного отжига 1200°C , 1400°C и 1600°C в форме параллелепипедов с размерами $5 \times 5 \times 5$ мм³.

Для изучения микроструктуры керамики использовали образцы, после испытаний на трехточечный изгиб и микротвердость по Виккерсу (табл. 2.1).

Таблица 2.1 - Используемые образцы керамики

Вид испытания	образцы
одноосное сжатие	3 группы 10 штук в каждой, с температурами отжига 1200°C, 1400°C и 1600°C
трехточечный изгиб	3 группы 10 штук в каждой, с температурами отжига 1200°C, 1400°C и 1600°C
микротвердость по Виккерсу	
микротвердость по Виккерсу облицовочного слоя, оценка прочности соединения облицовочного слоя	4 группы по 5 образцов
определение усадки, плотности и пористости керамических образцов при отжиге	3 группы образцов по 10 штук в каждой, с температурами отжига 1200°C, 1400°C и 1600°C
изучение микроструктуры керамических образцов	образцы для трехточечного изгиба и микротвердости по Виккерсу

Материалы фармакологических испытаний на лабораторных животных

Исследование острой токсичности проводили на 36 беспородных белых мышах и 36 белых крысах линии Wistar обоего пола (таб. 2.2.).

Исследование хронической токсичности проводили 10-и кроликах обоего пола породы Chinchilla и на 40 белых крысах линии Wistar обоего пола.

Таблица 2.2 Используемые лабораторные животные

№ п/п	Раздел работы	Объект исследования		
		Крысы	Лабораторные мыши	Кролики
1	Острая токсичность	36	36	
2	Хроническая токсичность			10
3	Хроническая токсичность	40		

2.3 Материалы клинических исследований

Исследования по изучению безопасности нового керамического материала на основе оксида алюминия

Проведены на ограниченном числе добровольцев 29 человек: сотрудников ортопедического отделения многопрофильной стоматологической поликлиники ГБОУ ВПО УГМУ МЗ РФ. В исследовании приняли участие 29 человек: 20 женщин и 9 мужчин в возрасте от 21 до 38 лет, соматически сохранные, имеющие «карты здоровья».

Оценка влияния образцов керамического материала на основе оксида алюминия на состояние буккальных эпителиоцитов

Проводилась на базе многопрофильной стоматологической поликлиники, кафедры микробиологии, вирусологии и иммунологии Уральского государственного медицинского университета. Обследовали 39 мужчин и 24 женщины. Все добровольцы исследуемой группы были соматически сохранны. Группу сравнения составили 20 добровольцев без признаков воспаления со стороны слизистой оболочки полости рта.

Материалы для проверки технических этапов изготовления одиночных коронок из разработанного материала

Для отработки режимов фрезерования, обжига и оценки точности посадки конструкций на гипсовых моделях из разработанной керамики было изготовлено 5 одиночных коронок, которые затем облицовывались массой Vita VM7 (Vita Zahnfabrik).

Материалы для комплексной клинической оценки качества протезирования искусственными коронками

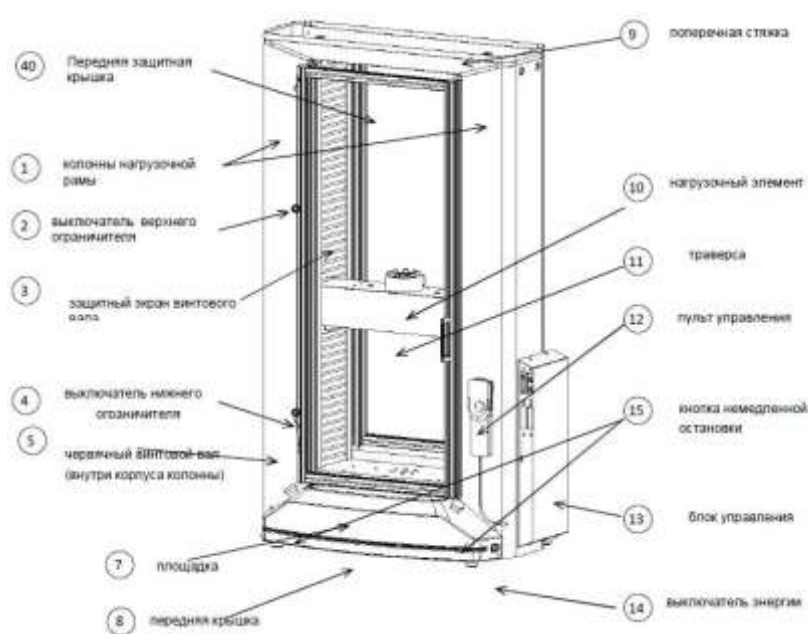
На базе многопрофильной стоматологической поликлиники ГБОУ ВПО УГМУ МЗ РФ на основании Протокола одобрения ЛЭК 5 пациентам, имевшим показания к протезированию одиночными конструкциями, были изготовлены 5 коронок из керамики производства ЗАО «Уралинтех». Для придания конструкциям эстетичности, каркасы облицовывались массой Vita VM 7 Enamel и Dentine Base. С пациентами – добровольцами (женщины от 27 до 55 лет) были подписаны Договоры информированного согласия. Состояние здоровья каждого из добровольцев было застраховано через страховую компанию. Для фрезерования была выбрана CAD-CAM система Zenotec select (Wieland). Система Zenotec select является открытой. Точность позиционирования осей во время фрезерования Wieland «Zenotec select» — 3 мкм. Фрезерный модуль имеет возможность изготовления конструкций из керамических дисков, в том числе из оксида алюминия.

2.4 Методы механических испытаний

Испытания на одноосное сжатие, трехточечный изгиб и микротвердость по Виккерсу

Испытания на одноосное сжатие и трехточечный изгиб проводили на электромеханической испытательной машине Shimadzu™ AG-50KN (рис. 2.6.)

(максимальная нагрузка 50 000 Н, скорость перемещения траверсы 1 мм/мин) при комнатной температуре согласно ГОСТ 28985-91[18]. Расстояние между опорными призмами при испытаниях на трехточечный изгиб было 10,5 мм. Определение микротвердости образцов по Виккерсу проводили на образцах, подготовленных для трехточечного изгиба с помощью микротвердомера ПМТ-3 (рис. 2.7) по ГОСТ 9450-76 «Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников» [52, 56] по методу невозстановленного отпечатка (дополнительный) с использованием четырехгранной пирамиды с квадратным основанием, нагрузка – 200г [17, 41, 43, 45, 64, 65, 70].

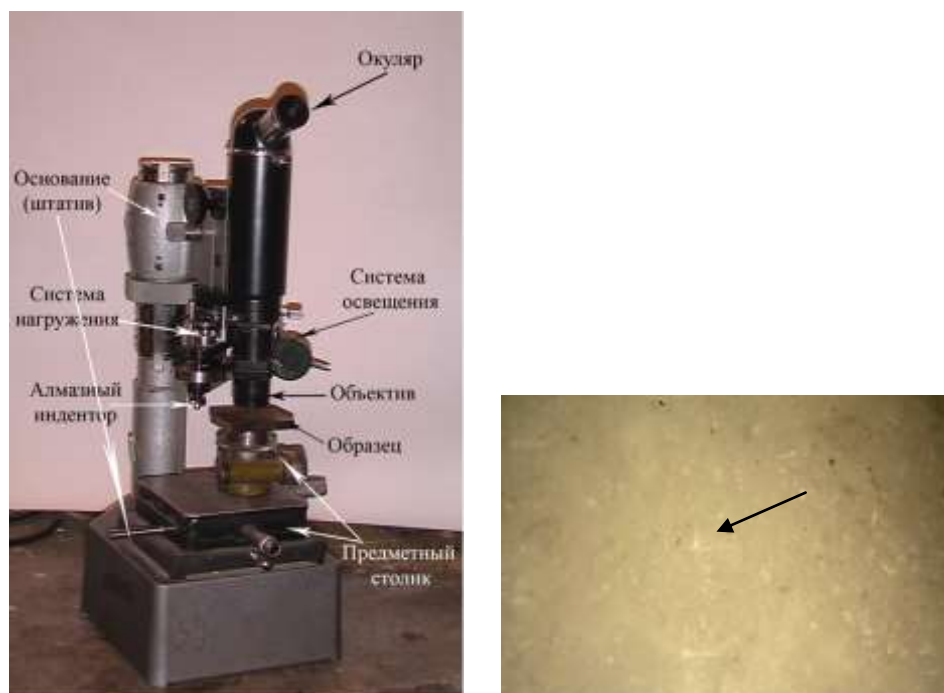


а



б

Рисунок 2.6 – Испытательная машина Shimadzu™ AG-50KN: а) принципиальная схема; б) внешний вид машины



а)

б)

Рисунок 2.7 - а) микротвердомер ПМТ-3, б) исследуемый образец после определения пробы на микротвердость по Виккерсу (стрелкой указана область вдавления).

После микроиндентирования наблюдения образцов проводили в микроскопе МИМ 8М при увеличении $\times 500$ (рис. 2.8).



Рисунок 2.8 - Инструментальный микроскоп МИМ 8М

Определение усадки, плотности и пористости керамических образцов при отжиге.

Изготовлено 3 группы образцов размерами $5 \times 5 \times 5$ мм³ по 10 штук в каждой, с температурами отжига 1200 °С, 1400 °С и 1600 °С

Линейную усадку dL рассчитывали по формуле:

$$dL = (1-L/L_0)*100\%,$$

где L – длина образца после обжига; L_0 – длина образца до обжига

Объемную усадку dV рассчитывали по формуле: $dV = (1-V/V_0)*100\%$,

где V – объем образца после обжига; V_0 – объем образца до обжига.

В качестве критерия оценки плотности полученной керамики использовалась так называемая относительная плотность образцов, т.е. отношение геометрической плотности к рентгеновской (теоретической). Геометрическая плотность равна частному от деления массы образца на его объем, вычисленный из его геометрических размеров. Размеры образца измеряли микрометром ($\pm 0,01$ мм) после шлифовки [54, 56].

Теоретическую плотность рассчитывали по формуле: $d = 4 \cdot M / N \cdot V$,

где M – молекулярная масса формульной единицы твердого раствора, N – число Авогадро ($6,023 \cdot 10^{23}$ моль⁻¹) и V – объем элементарной ячейки, рассчитанный по данным РФА.

Открытую пористость определяли методом намокания в керосине [87].

Изучение микроструктуры керамических образцов

Изучение кристаллической структуры образцов проводили при помощи рентгеновского дифрактометра общего назначения ДРОН-4М на $Cu\ k_\alpha$ излучении (рис. 2.9). Режим рентгеновской трубки: 40 кВ, 30 мА. Съемка велась в интервале углов от 15° до 85° в шаговом режиме со временем накопления 0,3с и шагом $0,02^\circ$. Полученные дифрактограммы индицировали при помощи пакета программ «FullProf™».



Рисунок 2.9 - Рентгеновский дифрактометр ДРОН-4М

Определение микротвердости облицовочного слоя и оценка прочности соединения облицовочного слоя

С помощью метода измерения микротвердости по Виккерсу, согласно ГОСТ 9450-76 «Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников» [52, 56], проводили микроиндентирование образцов с нанесенным облицовочным слоем керамики Vita VM7 с использованием четырехгранной пирамиды с квадратным основанием при нагрузке 200 г. Далее на металлографическом микроскопе МИМ-8 при увеличении $\times 500$ проводили измерение диагоналей отпечатков, по которым рассчитывали величину микротвердости по формуле $H^{\text{Виккерс}} = 9,8 \times 1854 \times P / C^2$ Н/мм² (МПа), где P – нагрузка (г), C – диагональ отпечатка (10^{-3} мм).

Контрастность облицовочного слоя керамики позволила оценить прочность связи облицовочного слоя с оксидом алюминия.

При прочной связи облицовочной керамики с керамикой из оксида алюминия можно наблюдать трещины в облицовочном слое образцов за счет того, что облицовочный слой полевошпатной керамики является хрупким. При этом оценивалась длина трещин и их соотношение относительно отпечатка индентора (рис. 2.10). По этому соотношению выбирался наиболее предпочтительный метод предварительной обработки поверхности оксида алюминия.



Рисунок 2.10 - Трещины в облицовочном слое, идущие от граней отпечатка индентора

При разрушении связи облицовочной керамики с керамикой из оксида алюминия за счет эффекта преломления света можно наблюдать зоны расслоения керамик.

2.5. Фармакологические испытания

Исследование по изучению острой, хронической токсичности – керамики на основе оксида алюминия, разработанного творческим коллективом сотрудников ГБОУ ВПО УГМУ МЗ РФ и ЗАО "УРАЛИНТЕХ", сделано на различных видах экспериментальных животных. Эксперименты проведены на белых мышах, белых крысах линии Wistar, кроликах породы Chinchilla. Теплокровные особи находились в условиях вивария со свободным доступом к пище и воде. Исследования проводили в утренние часы. Надсадочную жидкость, полученную путем растворения измельченных частиц исследуемого материала оксид алюминия "Интех" и контроля, которым служил материал Vita In-Ceram Alumina, использовали при различных путях введения: внутрижелудочное через зонд, наносили на кожу, на слизистые роговицы глаз [10, 11, 40, 58]. Образцы оксид алюминия "Интех" в форме параллелепипедов со сглаженными углами размерами 3x3x2 мм³ использовали также для подкожного подшивания крысам в проекции околоушных слюнных желез.

Оценка острой токсичности керамики

Определение острой токсичности было проведено на беспородных белых мышах (массой 18 – 22 г) и белых крысах линии Vistar (массой 180 – 220 г) обоего пола.

Надосадочную жидкость вводили внутривенно через зонд в виде 10% водной взвеси. Эти концентрации были определены экспериментально и позволили вводить раствор через зонд и инъекционную иглу с диаметром просвета 1 и 0,5 мм соответственно. Дозы для мышей и крыс оказались одинаковыми: 0,1г/мл - 10% в объеме 0,5 и 5,0 мл соответственно, учитывая соответственно массу животных. Согласно требованиям официального Руководства по экспериментальному (доклиническому) изучению новых фармакологических веществ на каждую дозу было определено по 6 групп мышей и крыс, состоящих из 6^{-и} особей обоего пола каждая [73, 76].

После введения взвеси в указанных дозах и путях введения наблюдение за состоянием опытных животных в сравнительном аспекте с контрольными животными в первые сутки вели каждый час, а последующие 30 суток – оценивали их поведение один раз в сутки. В течение всего периода наблюдения отмечали общее состояние животных, особенности их поведения, интенсивность и характер двигательной активности, координацию движений, тонус скелетных мышц, наличие и характер судорог, реакцию на тактильные, болевые, звуковые и световые раздражители, частоту и глубину дыхательных движений, ритм сердечных сокращений, окраску слизистых оболочек, положение хвоста, количество и консистенцию фекалий.

Оценка хронической токсичности керамики

Хроническую токсичность, безопасность в применении материалов оксид алюминия "Интех" и Vita In-Ceram Alumina изучали в течение 30 суток на кроликах породы "Chinchilla" (4800 – 5000 г). Суспензию исследуемого соединения наносили на кожу, за веки глаз [73, 77]. Также хроническую

токсичность оценивали на белых крысах линии “Wistar” обоего пола массой 180 – 280 г, которым подшивали исследуемый материал в проекции околоушных слюнных желез, а затем проводили исследование животных на 3, 7 и 14-е сутки.

Оценка хронической токсичности у кроликов породы “Chinchilla”

Было изучено местное раздражающее действие оксид алюминия "Интех" и Vita In-Ceram Alumina на кожу и слизистые оболочки лабораторных животных.

Эксперимент проводили на 10^{-и} кроликах обоего пола. На подготовленный от шерсти участок кожи (4 x 4 см) справа (рис.2.11, 2.12.) наносили испытуемый препарат в количестве 2,5 г на 5 мл воды.



Рисунок 2.11 - Кролик с нанесенным на подготовленный участок кожи образцом керамического материала на основе диоксида алюминия

Рисунок 2.12 - Кролик с нанесенным на подготовленный участок кожи Vita In-Ceram Alumina.

На участок кожи слева, который служил контролем, наносили дистиллированную воду в объеме 1 мл. Одновременно наносили исследуемый материал на слизистую оболочку века правого глаза кроликов. Аппликации проводили ежедневно в течение 30-и дней (рис. 2.13.,2.14).



Рисунок 2.13 - Кролик с нанесенным на слизистую оболочку века порошком керамического материала на основе оксида алюминия



Рисунок 2.14 - Кролик с нанесенным на слизистую век порошком керамического материала Vita In-Ceram Alumina (Германия).

Оценка хронической токсичности у крыс линии “Wistar”

Группу экспериментов проводили на 40 белых крысах обоего пола, которые были разделены на 4 группы по 10 крыс в каждой.

Крысам 1-3 групп под эфирным наркозом вводили под околоушную слюнную железу испытуемый образец материала, имеющего форму параллелепипеда размерами $3 \times 3 \times 2$ мм³ (рис.2.15) и ушивали рассасывающимся шовным материалом. Поверхностные слои кожи ушивали шовным материалом, выполненным из шелка. Полученные результаты исследования оценивали на 3, 7 и 14^{-й} дни по следующим параметрам: реакции поведения, лабораторные методы исследования (клиническое, биохимическое исследование крови), морфологическое исследование слюнных желез, с использованием статистического анализа (программа Statistica -6.0, Statgraph, Квазар).



Рисунок 2.15 - Фото образцов керамики



Рисунок 2.16 - Взвешивание образца на аналитических весах



Рисунок 2.17 - Этап применения эфирного наркоза лабораторных животных



Рисунок 2.18 - Разрез тканей скальпелем для внесения препарата



а



б

Рисунок 2.19 – а, б. Этапы введения керамического образца в разрез тканей в околушной области

У крыс 4-ой группы (группа сравнения) были аналогично исследуемым группам изучены реакции поведения, проведены лабораторные методы

исследования (клинический, биохимический анализ крови), морфологическое исследование слюнных желез.

Влияние наноструктурированной керамики на основе оксида алюминия на ориентировочно-исследовательские реакции крыс

В исследовании использована методика “открытого поля”, в которой регистрировали время ухода белых крыс с центрального круга, а в дальнейшем в течение трех минут их горизонтальную (количество пересеченных квадратов) и вертикальную (количество подъемов на задние лапы) двигательную активность, груминг и обследование отверстий.



Рисунок 2.20 - Крысы линии “Wistar” перед выгуливанием. На некоторых крысах разметка для лучшей идентификацией



Рисунок 2.21 - Крыса линии “Wistar” под непрозрачным колпаком



Рисунок 2.22 - Крыса линии “Wistar” в центре поля (после поднятия колпака)



Рисунок 2.23 - Крыса линии “Wistar” проявляет активность (находится в ином квадрате)



Рисунок 2.24 - Поднятие крысы линии “Wistar” на задние лапы



Рисунок 2.25 - «Заглядывание» крысы линии “Wistar”



Рисунок 2.26 - Умывание (груминг) крысы линии “Wistar”

Исследование показателей крови у крыс

Забор крови проводили из аорты с помощью специальных шприцов. Для предотвращения свертывания крови применяли гепарин.

Определение параметров общего анализа крови крыс проводили с помощью гематологического анализатора Granis в режиме «ветеринария» – гемоглобин (г/л), эритроциты ($10^{12}/л$), общее количество лимфоцитов ($10^9/л$), лейкоцитарную формулу. СОЭ (мм/час) определяли унифицированным микрометодом Панченкова.

Биохимические исследования сыворотки крови крыс проводили на фотометре с проточной кюветой Stat Fax 300 (Germany). Определение концентрации общего белка (г/л), сывороточного альбумина (г/л), аланинаминотрансферазы (АЛТ) (ммоль/л) и аспартатаминотрансферазы (АСТ) (ммоль/л) проводили унифицированными методами с использованием наборов

Diasys Diagnostic Systems Gmbh & Co (Germany).

Влияние препарата на оценку морфологического состояния слюнных желез крыс

Препараты слюнных желез крыс разрезали на две части и фиксировали в 10% растворе нейтрального формалина. На следующем этапе проводили обезвоживание полученных частей, для этого использовали этиловый спирт различных концентраций (по возрастанию), и после обезвоженных части заливали в парафин. Изготовленные из парафиновых блоков срезы толщиной 5 мкм после депарафинирования окрашивали (рис.2.27).



Рисунок 2.27 - Образцы тканей слюнных желез лабораторных животных

Применяли следующие красители: гематоксилин и эозин (пикрофуксин по Ван Гизону) для выявления коллагеновых волокон, резорцин-фуксин Вейгерта для идентификации эластических волокон.

При морфологическом исследовании слюнных желез характер патологических изменений оценивали по наличию следующих процессов:

- Интерстициальный инфильтрат
- Лимфоидные инфильтраты в паренхиме
- Интерстициальный склероз
- Деструкция ткани железы

2.6 Клинические испытания

Оценка влияния образцов керамического материала на основе оксид-алюминия на состояние буккальных эпителиоцитов у здоровых добровольцев.

Исследование проводилось на базе многопрофильной стоматологической поликлиники, кафедры микробиологии, вирусологии и иммунологии Уральского государственного медицинского университета. Обследовали 39 мужчин и 24 женщины. Все добровольцы исследуемой группы были соматически сохранны. Группу сравнения составили 20 добровольцев без признаков воспаления со стороны слизистой полости рта. Группу контроля составили пациенты исследуемых двух групп, которым был произведен забор материала со слизистой щеки до проведения основного исследования.

У всех пациентов были определены индекс КПУ, упрощенный индекс гигиены полости рта. Индекс КПУ имел значения от 6 – 8 ($6,83 \pm 0,35$), где К - число зубов, пораженных кариесом, составило 0, П - количество зубов с пломбами. У обследуемого контингента имелись только композитные пломбы, отсутствовали металлические зубные протезы и амальгамные пломбы. При оценке упрощенного индекса гигиены полости рта (индекса гигиены Грина-Вермилиона, 1968) по стандартной методике у всех испытуемых были получены значения «хороший» и «удовлетворительный» (значения индекса не более 1.6) [76].

Скорость слюноотделения высчитывалась по стандартной методике. Пациенты проглатывали слюну, после чего запускали секундомер. Затем, не глотая слюну, испытуемые выпускали ее в градуированную пробирку в течение 10 минут. Записывали уровень слюны, собранный в течение этого времени, не считая пены. Скорость слюноотделения до и после введения препарата в полость рта (у пациентов группы сравнения слюноотделение подсчитывалось однократно). Скорость слюноотделения была определена до и после введения

исследуемого материала в полость рта (у пациентов группы сравнения слюноотделение подсчитывалось однократно).

В исследуемой группе использован керамический наноструктурированный материал на основе оксида алюминия, полученный методом плазменного напыления. В группе сравнения – керамический материал на основе оксида алюминия Vita In-Ceram Alumina (Vita Zahnfabrik), полученный методом прессования.

Пациентам обеих групп в области слизистой оболочки щеки и альвеолярного гребня (проекция зуба 3.6) помещали (предварительно прошедшие стерилизацию методом автоклавирования) диски (2x15мм) на 30 минут (рис. 2.28). В последующем с данного участка осуществлялся забор материала.



Рисунок 2.28 - Образцы разработанной керамики для исследования состояния буккальных эпителиоцитов

Полученный материал наносили на заранее подготовленное посредством обезжиривания предметное стекло, которое затем высушивали и окрашивали по методике Романовского-Гимза. Цитологические препараты изучали под микроскопом ZEISS AXIO при увеличении x800, подсчитывали популяции эпителиальных клеток, подсчет деструкции эпителиальных клеток осуществляли на 100 клеток.

Степень деструкции эпителиальных клеток оценивали с учетом следующих морфологических критериев, (таблица 2.3):

Таблица 2.3 - Оценка степени деструкции эпителиальных клеток

Класс деструкции	Цитоморфологические критерии	
	Цитоплазма клетки	Ядро клетки
0	Норма	норма
1	Частичное (<1/2) разрушение	норма
2	Значительное (>1/2) разрушение	Частичное (<1/2) разрушение
3	Полная деструкция	Значительное (>1/2) разрушение
4	Полная деструкция	Полная деструкция

Активность воспалительно-деструктивных изменений оценивали с помощью воспалительно-деструктивного индекса (ВДИ), рассчитывавшегося по формуле [77]:

$$\text{ВДИ} = (\text{Л} + \text{Г} + \text{Ф}) / \text{М}, \text{ где}$$

- Л - количество сегментоядерных лейкоцитов,
- Г - количество голаядерных мононуклеаров,
- Ф - количество фибробластов (и эндотелиальных клеток),
- М - количество неповрежденных мононуклеаров

Подсчет клеток производили на фоне 100 эпителиальных клеток

В норме ВДИ= 3,0-20,0

Изучение безопасности нового керамического материала на основе оксида алюминия у здоровых добровольцев

Исследования проведены на ограниченном числе добровольцев 29 человек: сотрудников ортопедического отделения многопрофильной стоматологической поликлиники ГБОУ ВПО УГМУ МЗ РФ. В исследовании приняли участие 29 человек: 20 женщин и 9 мужчин в возрасте от 21 до 38 лет, соматически сохранные, имеющие «карты здоровья».

Исследование проведено на основании одобрения Локального этического комитета ГБОУ ВПО УГМУ МЗ РФ №7 от 19 сентября 2014 г. Перед началом исследования с каждым из добровольцев было подписано Информированное добровольное согласие на участие в исследовании.

Для проведения экспресс - диагностики состояния СОПР использовался портативный экспертно – диагностический комплекс «Лира-100 bt», оснащенный микропроцессором (заводской номер 55).

Принцип работы прибора, основан на определении состояния микроциркуляции и обменных процессов в тканях, с помощью анализа измерения параметров ответного электромагнитного сигнала, наведенного на датчике. Прибор тестирует функциональное состояние органов (тканей) в виде цифровых и аналоговых данных как до и после воздействия физиологического фактора, так и в процессе всего времени действия.

В качестве оценочного критерия функционального состояния живых тканей используется индекс биоэлектромагнитной реактивности (БЭМР) парных точек симметрии симметричных органов или симметричных частей органа. В данном испытании использованы стандартные точки: которые выбирают на поверхности слизистой оболочки красной каймы губ пациента, для чего зрительно делят объект для исследования (верхнюю и нижнюю губы) вертикальной линией по центру лица, на две симметричные части. На верхней губе измерения проводят в проекции границ носогубного желобка на слизистой оболочки красной каймы, затем симметричные точки на нижней губе относительно верхней и зоны

периферии – в области углов рта. Для составления заключения значимыми являются величины функциональной асимметрии измеряемых показателей в каждой паре симметричных точек (их изменение при выполнении функциональной пробы) [6, 7, 22, 57, 63].

Измерения проводили в нескольких симметричных точках, для полноценного отражения нейрогуморальных механизмов регулирования и функциональной взаимосвязи органа с исследуемым процессом регулирования (рис. 2.29.).

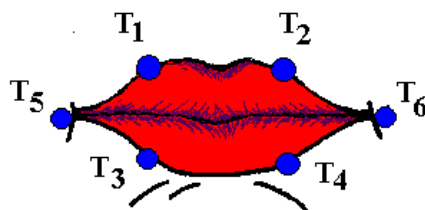


Рисунок 2.29 - Точки для измерения индексов БЭМР.

Перед началом измерения поверхность датчика, контактирующего с кожей, обрабатывали дезинфицирующим средством АХДЗ (ЗАО «Петроспирт», Россия).

Измеряли контролируемый параметр в исследуемых двух симметричных точках, который выбирали на поверхности слизистой оболочки красной каймы губ пациента, для чего зрительно делили объект для исследования (верхнюю и нижнюю губы) вертикальной линией по центру лица, на две симметричные части (рис.2.30.).



Рисунок 2.30 - Этап измерения индекса БЭМР.

Контролируемым параметром являлся индекс биоэлектромагнитной реактивности (БЭМР), результаты первичных измерений фиксировали.

Для диагностических целей были изготовлены одинаковые по размеру образцы керамики на основе оксида алюминия округлой формы диаметром 16мм.

Исследуемый образец помещали между зубами пациента таким образом, чтобы его передняя часть располагалась между губами и плотно прилегала к слизистой оболочке внутренней поверхности губ, а дистальная часть плотно прилегала к дорсальной поверхности языка (рис. 2.31).



Рисунок 2.31 - Исследуемый образец удерживается передними зубами и находится между слизистой оболочкой губ.

После чего повторно выполняли измерение индексов БЭМР в исследуемых точках на поверхности красной каймы губ, полученные результаты измерения фиксировали. Путём вычисления разности сравнивали в каждой контролируемой точке результаты первоначальных измерений индексов БЭМР с результатами измерений, полученными с исследуемым образцом. Полученные значения разностей сравнивали в симметричных точках в соответствии с вертикальной симметрией, затем вычисляли K - коэффициент функциональной вертикальной асимметрии по формуле:

$$K = \frac{(B_2 - T_2) - (B_1 - T_1)}{6} \times 100\%$$

где B_1 , T_1 - значения индексов БЭМР, измеренные в исследуемых точках на поверхности красной каймы губ без исследуемого образца;

B_2 , T_2 - значения индексов БЭМР, измеренные в исследуемых точках на поверхности красной каймы губ с исследуемым образцом;

b – константа, принятая для удобства представления конечного результата, при этом, если значение K равно или превышает 5%, то делали вывод, что СКМ оказывает влияние на функциональную адаптацию слизистой оболочки полости рта обследуемого добровольца, определяется высокая реактивность к конструкционному стоматологическому материалу для протезирования, если значение K не превышает 5%, то диагностируют нет влияния на функциональную адаптацию слизистой оболочки полости рта пациента [63].

Качественные данные предоставлены в виде абсолютных значений. Количественные данные представлены в виде среднего арифметического значения (M), стандартного отклонения (SD) по схеме $M \pm SD$.

Проверка технических этапов изготовления одиночных коронок из разработанного материала.

Для проверки технических этапов изготовления коронок из разработанной керамики было решено изготовить фантомные работы.

Были выбраны 5 гипсовых моделей, отлитых из гипса 4 класса, у которых были обработаны моляры и премоляры под одиночные коронки.

Модели зубов антагонистов не изготавливались.

Сканирование с моделей проводилось с помощью 3-х осного сканера S50/D. На аппарате Wieland «Zenotec Select» были отфрезерованы каркасы одиночных коронок в количестве 5 штук. С помощью лабораторного толщиномера оценивалась толщина отфрезерованных каркасов, которая должна была составлять 0.5 мм (рис.2.32). Затем каркасы подвергались гомогенизационному отжигу в высокотемпературной печи.



Рисунок 2.32 - Измерение толщины отфрезерованного каркаса

После отжига каркасы одиночных коронки оценивались на предмет наличия трещин/дефектов/пористости. Также определялась точность посадки на рабочих моделях при помощи копирки, определялась примерная усадка каркасов.

После нанесения облицовочной массы Vita VM7 Dentin и Enamel и последующего ее спекания в высокотемпературной печи при 980°C, согласно инструкции производителя, визуально оценивались дефекты облицовочного керамического слоя.

Оценка качества изготовления коронок у пациентов

На базе многопрофильной стоматологической поликлиники ГБОУ ВПО УГМУ на основании одобрения ЛЭК, 5 пациентам, имевшим показания к протезированию одиночными конструкциями, были изготовлены 5 коронок с каркасами из керамики производства ЗАО «Уралинтех». Всем принятым на ортопедическое лечение больным было проведено комплексное обследование с использованием дополнительных клинических и лабораторных методов по общепринятой в клинике системе, позволяющей установить как общий, так и стоматологический статус. Полученные данные вносились в медицинскую карту амбулаторного больного и протоколы опытов.

Для оценки качества изготовления одиночных коронок пациентам была использована разработанная методика оценки качества протезирования искусственными коронками (Ряховский А.Н., Антоник М.М., 2001) [70, 71].

В ходе исследования, мы проводили комплексную клиническую оценку результатов протезирования искусственными коронками при помощи разработанных авторами клинических тестов и оценочных критериев.

В применяемую методику оценки входят такие качественные критерии протезирования искусственными коронками, как:

- краевая адаптация,
- анатомическая форма края коронки.
- анатомическая форма поверхности коронки.
- окклюзия,
- структура поверхности.
- цвет.

Все оценочные тесты относительно просты и доступны, не занимают много времени и не требуют специального и сложного оборудования. Вопросы тестов сформулированы таким образом, чтобы была возможность выделить 4 степени (А, В, С и D) оценки по каждому критерию.

После окончания тестирования искусственной коронки по всем критериям мы производили её общую оценку, с учётом каждой отдельной оценки по тестам. Коронка оценивалась, как хорошая «А», только если все оценки были «А». Общая оценка выставлялась всегда по самой низкой оценке любого из критериев, за исключением критерия цвета. Так как цвет не влияет на эксплуатационные качества коронки, и её замена зависит от желания пациента. После тестирования всех признаков по всем критериям, оценивалось качество протезирования, искусственной коронкой (суммировались все данные и давалась общая оценку с возможным прогнозом). Каждый качественный признак искусственной коронки имеет две степени («А» и «В»), как пригодные для эксплуатации и две степени («С» и «D»), как непригодные. При этом степень «С» указывает, что коронку необходимо заменить в плановом порядке (профилактически), так как вероятно, будет происходить дальнейшее повреждение зуба, а степень «D» означает, что

коронку необходимо заменить немедленно, так как уже происходит повреждение зуба. [70, 71].

2.7 Методы статистической обработки полученных результатов исследования

Статистическая обработка материала [49], построение графиков и таблиц проводили на персональном компьютере с процессором AMD Athlon 2 в среде Microsoft Windows 7 с применением табличного процессора Microsoft Excel 2010, статистического пакета STATISTICA 6.0.

Качественные данные предоставлены в виде абсолютных значений. Количественные данные представлены в виде среднего арифметического значения (M), стандартного отклонения (SD) по схеме $M \pm SD$.

ГЛАВА III

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ФИЗИЧЕСКИХ И БИОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ, ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ ПЛАЗМЕННОГО НАПЫЛЕНИЯ

3.1 Создание реставрационного материала на основе оксида алюминия, полученного методом плазменного напыления

Одним из наиболее распространенных материалов на основе оксида алюминия является белый электрокорунд, который достаточно широко используется в различных областях промышленности. Его получают в электрических печах путем плавления чистого глинозема. Он содержит от 98,0% до 99,5% Al_2O_3 в форме α -фазы и сравнительно мало примесей (высокоглиноземистый алюминат натрия и других минералов). По свойствам и химическому составу белый электрокорунд однороден. Его микротвердость (по Виккерсу) порядка 2ГПа при плотности около 4г/см^3 . Высокая химическая инертность электрокорунда обеспечивает возможность использования воздуха в качестве плазмообразующего газа, что повышает безопасность способа и упрощает его выполнение.

Благодаря использованию технологии плазменного напыления обеспечивается возможность расплавления электрокорунда и формование заготовки в виде керамического блока путём послойного плазменного напыления на подложку. Возможность задания формы и геометрических размеров позволяет получать блоки заданной конфигурации. При этом, формирование керамической заготовки из порошка электрокорунда, имеющего температуру плавления 2050°C , происходит без использования спекающих добавок, то есть, не увеличивается

количественное содержание примесей в конечном продукте, что способствует улучшению биосовместимости стоматологической керамики.

Формование электрокорунда путём послойного напыления на подложку керамического слоя за один проход плазмотрона, толщиной от 20мкм до 50мкм, обеспечивает надёжное сцепление расплавленных частиц электрокорунда с образованием большого количества пустот и надёжное сцепление между собой частиц по границе соседних слоёв. Это обеспечивает однородность структуры формируемого керамического блока, равномерность распределения механических свойств в заготовке и высокую пористость, которая обеспечивает хорошие адгезивные свойства материала.

Нами впервые предложен способ получения конструкционной стоматологической керамики на основе сфероидизированного белого электрокорунда марки 25А. Белый электрокорунд марки 25А – это технически чистый электрокорунд высшего сорта. Причём, белый электрокорунд марки 25А фракции 20 - 40 мкм, используемый в заявленном способе, имеет минимальное количество примесей по ГОСТ [17] (ГОСТ 28818-90 «Материалы шлифовальные из электрокорунда»), что позволило его применять в ортопедической стоматологии в качестве конструкционного материала.

При изготовлении керамических блоков использовали:

- установку плазменного напыления с ЧПУ типа 17В с аппаратурой УМП-7 и источником питания УПР - 4011;
- плазмотрон собственного изготовления ЕАЖИ.56.038.00.000. с выносным вращающимся анодом К-13459-00;
- печь обжиговая ПКО-1,2-100.

Керамические блоки имели форму дисков диаметром 98,5мм и толщиной 12,0мм. Напыление выполняли на подложку с плоской поверхностью и размерами, превышающими требуемые размеры готового керамического блока в соответствии с заданными допусками на шлифовку поверхности готового блока (рис. 3.1.).



Рисунок 3.1 - Диск для фрезерования с помощью аппаратов CAD-CAM, изготовленный из керамики на основе оксида алюминия производства ЗАО «Уралинтех» $D=98,5\text{мм}$, $h=12\text{мм}$, вес 290г.

Перед напылением подложку нагревали плазмой до температуры $150\text{-}200^{\circ}\text{C}$ и на нее наносили разделительный слой поваренной соли NaCl путем орошения солевым раствором из краскопульты. Толщина слоя не менее 200 мкм . Далее на подложку с нанесенным слоем соли методом плазменного напыления послойно наносили сфероидизированный белый электрокорунд марки 25А фракции $20 - 40\text{ мкм}$. Расход плазмообразующего и транспортирующего газа, технологические параметры плазмы подбирали из условия максимально полного расплавления частиц напыляемого белого электрокорунда для получения плотной керамики, исходя из того, что температура плавления белого корунда данной фракции составляет 2050°C . Норму подачи порошка, дистанцию и угол напыления, скорость перемещения плазмотрона выбирали из условия обеспечения толщины монослоя керамики (слоя напыляемого за один проход) в пределах от 20мкм до 50мкм .

После напыления керамического слоя нужной толщины, подложку с напыленным блоком охлаждают сжатым воздухом и керамический блок снимают с подложки. Далее полировали на плоскошлифовальном станке сторону блока, обращенную к подложке. Для придания керамическому блоку законченного вида, оставшиеся стороны блока также полировали.

На поверхность подложки напыляемый материал поступает в диспергированном состоянии в виде мелких расплавленных или пластифицированных частиц, которые ударяются о неё, деформируются и, закрепляясь, накладываются друг на друга, образуя слоистое покрытие. Вследствие затвердевания, растёкшаяся частица сохраняет свою форму и в покрытии. Использование сфероидизированного электрокорунда, в котором форма частиц близка к сферической, обеспечивает, соответственно, получение примерно одинаковой формы затвердевших растёкшихся частиц, что обуславливает равномерность в распределении пористости покрытия.

Благодаря использованию технологии плазменного напыления полученная керамика может подвергаться механической обработке путем фрезерования. Это происходит потому, что в плазменной струе плавление и осаждение частиц электрокорунда происходит очень быстро и фазовый переход оксида алюминия из гамма- в альфа- фазу произойти не успевают [35]. В результате готовый блок представляет собой керамику, состоящую практически целиком γ -фазы Al_2O_3 , обладающей значительно более низкой твердостью, чем корунд (Al_2O_3 в α – фазе).

Поскольку керамика, полученная по заявленному способу, обладает механическими свойствами, допускающими фрезерование, ее можно использовать для изготовления ортопедических конструкций с использованием CAD-CAM™ системы. Данная технология включает в себя три основных этапа: сканирование, моделирование и изготовление, а именно, фрезерование в соответствии с данными, полученными в результате компьютерной обработки и виртуального моделирования по сканированным отпечаткам с зубов пациента.

Структура и свойства покрытий, нанесенных методом плазменного напыления, зависят от гранулометрического состава исходных керамических частиц. С уменьшением размера частиц улучшается заполнение покрытия, плотность его увеличивается. То есть объём микропустот в нанесенном слое уменьшается и покрытие становится более однородным. Однако, мелкие порошки (размером менее 20мкм) не могут быть получены с помощью метода сит,

поскольку они не рассеиваются на ситах с мелкими ячейками. При этом они склонны к коагуляции вследствие действия сил молекулярного сцепления, из-за чего образуются конгломераты частиц при подаче их потоком транспортирующего газа в зону нагрева при плазменном напылении. Помимо этого, будучи введёнными в зону нагрева плазмотрона, мелкие частицы могут полностью испариться и не попасть на мишень. Кроме того, мелкие порошки (менее 20 мкм) в плотной окружающей атмосфере быстро теряют скорость, отклоняются от заданной траектории и не достигают напыляемой поверхности [14]. Поэтому в заявленном способе нижняя граница размера фракции должна быть выше 20 мкм. Известно, что размер фракций в пределах 20-70 мкм является оптимальным, позволяющим с помощью сита формировать требуемый гранулометрический состав напыляемой керамики. Использование в разработанном нами способе сфероидизированного электрокорунда, облегчает формирование с помощью сита требуемого гранулометрического состава напыляемого вещества во всём заявленном диапазоне размеров фракций от 20-40 мкм. Такой узкий диапазон фракций в гранулометрическом составе обуславливает примерно одинаковую скорость движения частиц при плазменном напылении, что обеспечивает однородность структуры напыляемого покрытия, а, следовательно, и однородность свойств полученной керамики. При этом, заявленный гранулометрический состав исходного белого электрокорунда (от 20-40 мкм) находится в нижнем диапазоне рекомендуемого оптимального размера фракций (от 20 мкм до 70 мкм). Таким образом, керамический состав белого электрокорунда является мелкодисперсным, что обеспечивает равномерность покрытия и улучшает его прочностные свойства.

Предложенная нами технология позволяет получить керамический материал более однородным, что повышает его прочность, а, следовательно, и обеспечивает прочность формируемого керамического блока. Очаги схватывания имеют высокую прочность и разрушение в них происходит с «вырыванием» одной из частиц, а не по границе «частица – металлическая подложка» и «частица – частица» [14].

Использование в качестве материала, содержащего оксид алюминия, порошка сфероидизированного белого электрокорунда марки 25А фракции 20 - 40 мкм, технически чистого электрокорунда, высшего сорта с минимальным количеством примесей, стало возможным благодаря применению для формирования керамического блока плазменного напыления. Благодаря данному факту, отпадает необходимость использования добавок для снижения температуры плавления белого электрокорунда. Полученный керамический состав с содержанием оксида алюминия в γ - фазе, имеет механические свойства, позволяющие подвергать его в дальнейшем механической обработке, в частности, обрабатывать на фрезерном станке, а, следовательно, использовать конструирование и изготовление готовых ортопедических конструкций современным методом с использованием САД – САМ технологий.

Проведенный нами патентный поиск позволил утверждать, что в литературе нет сведений о применении в ортопедической стоматологии сфероидизированного белого электрокорунда марки 25А фракции 20-40мкм в качестве конструкционной стоматологической керамики на основе оксида алюминия, а именно: для изготовления вкладок, виниров, одиночных искусственных коронок зубов и мостовидных протезов.

3.2 Результаты механических испытаний.

Результаты испытаний на одноосное сжатие, трехточечный изгиб и микротвердости по Виккерсу

Для оценки механических свойств керамических блоков были проведены испытания на одноосное сжатие и изгиб оксидной керамики производства ЗАО «УРАЛИНТЕХ», полученной плазменным напылением на подложку порошка оксида алюминия марки F 180 с порошком марки 25А (таб. 3.1.).

Из анализа механических характеристик испытанных образцов видно, что конструкционная стоматологическая керамика на основе порошка

сфероидизированного белого электрокорунда марки 25А фракции 20 - 40 мкм имеет лучшие свойства, чем керамика на основе порошка марки F-180.

Таблица 3.1 - Сравнение механических свойств при сжатии электрокорунда марки 25А и марки F180

Материал	Е, ГПа	σ_b , МПа	ϵ , %
Порошок марки оксида алюминия марки F180, обжиг 1200°C, 2 часа	9.34±0.92	522.7±38.7	7.6±1.4
Порошок сфероидизированный белый электрокорунд марки 25А фракция 20 - 40 мкм, 1200°C, 2 часа	10.28±0.95	801.1±69.0	9.6±1.2

Результаты испытаний на сжатие образцов керамики на основе белого электрокорунда марки 25А фракции 20 - 40 мкм производства ЗАО «Уралинтех» с температурой отжига 1200°C, 1400°C и 1600°C представлены на рис.3.2. и в таблице 3.2. Ход деформационных кривых всех образцов из испытанных серий был качественно подобным, поэтому на рис. 3.2. показаны только по одной деформационной кривой для каждой серии.

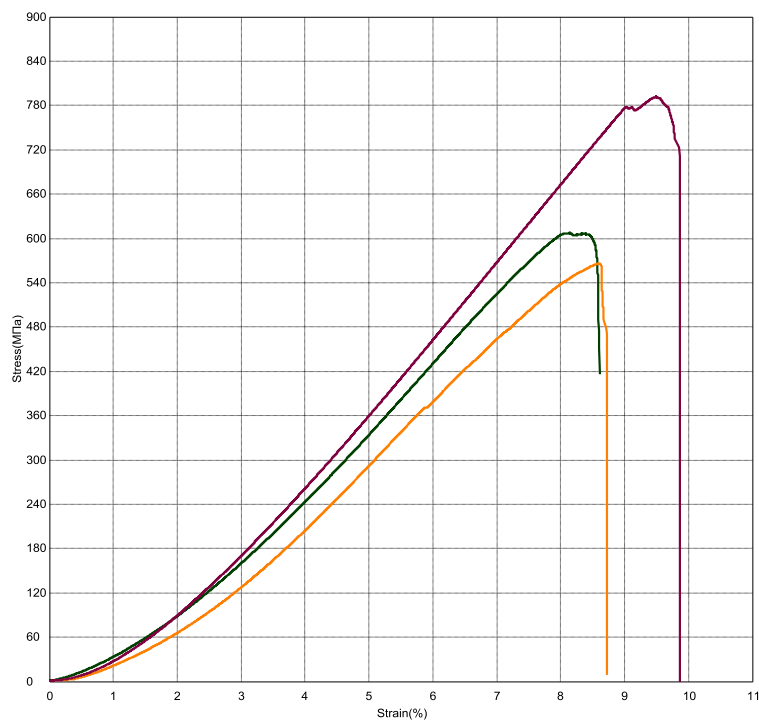


Рисунок 3.2 - Деформационные кривые при испытаниях на сжатие материалов различной температурой гомогенизационного отжига (зеленый - 1200°C, оранжевый - 1400°C, фиолетовый - 1600°C).



а



б

Рисунок 3.3 - Образец материала из диоксида алюминия а) - до и б) - после испытаний на сжатие

Таблица 3.2 - Результаты испытаний образцов при одноосном сжатии

Одноосное сжатие			
материал	Е, ГПа	$\sigma_{в}$, МПа	δ , %
ICS1 - (1200 ⁰ С)	9.34±0.92	522.7±38.7	7.6±1.4
ICS2 - (1400 ⁰ С)	8.90±1.37	625.7±49.0	9.4±1.6
ICS3 - (1600 ⁰ С)	10.28±0.95	801.1±69.0	9.6±1.2

Из представленных результатов видно (таб. 3.2), что с увеличением температуры отжига прочность керамики возрастает с 500МПа до 800МПа, тогда как модуль Юнга и деформация до разрушения практически не меняются.

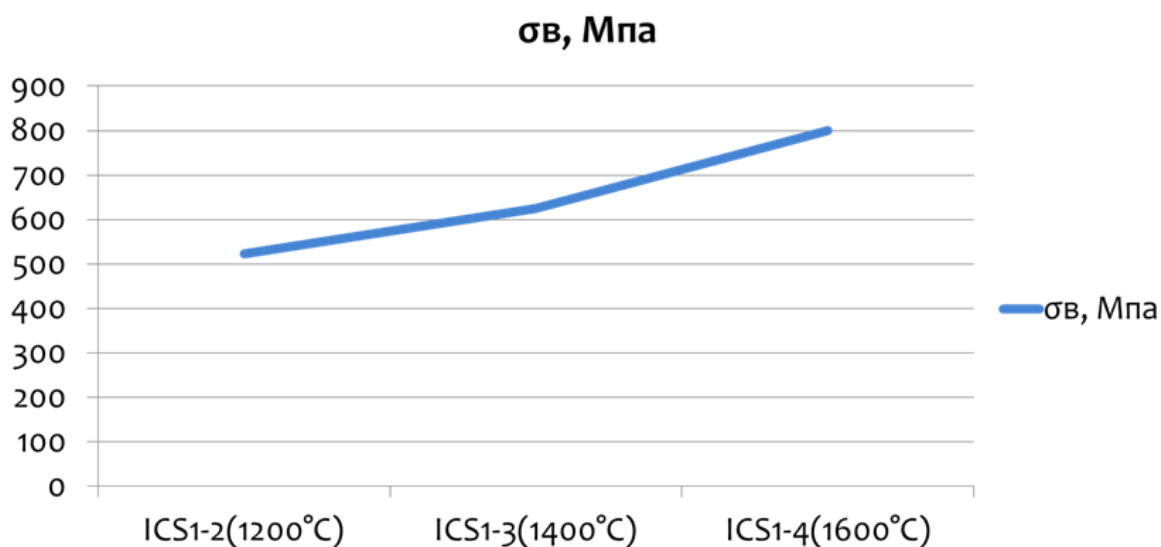


Рисунок 3.4 - Рост прочности керамики с 500 до 800МПа

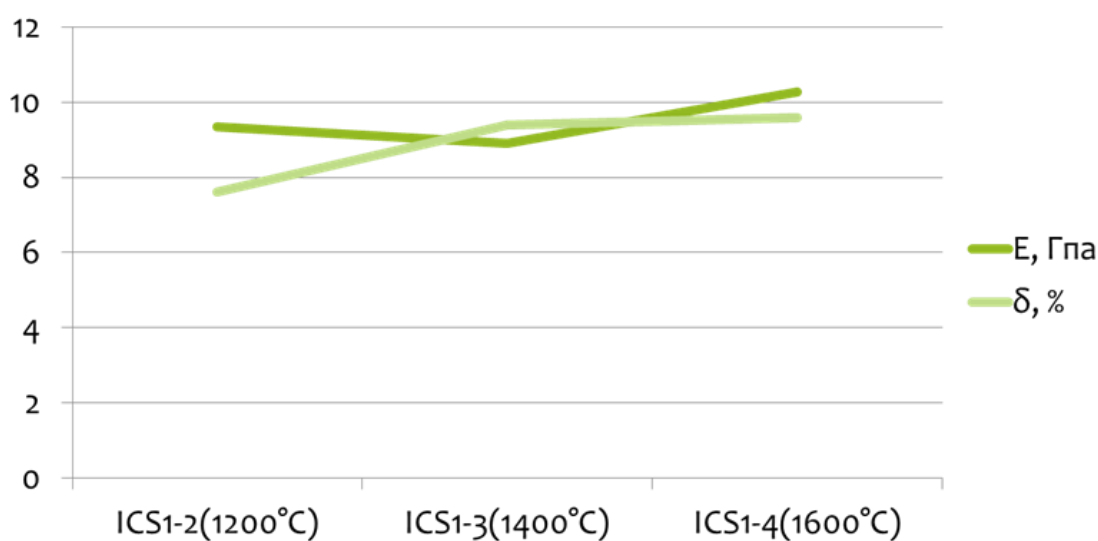


Рисунок 3.5 - Модуль Юнга и деформация до разрушения образцов.

Результаты испытаний на изгиб образцов керамики производства ЗАО «Уралинтех» с температурой отжига 1200°C, 1400°C и 1600°C представлены в таб. 3.3.

Таблица. 3.3 - Результаты испытаний образцов на изгиб

Трехточечный изгиб			
Материал	E, ГПа	σ_n , МПа	δ , %
ICS2-2(1200°C)	28.21±4.13	60.6±3.6	0.31±0.06
ICS2-3(1400°C)	31.37±3.30	64.1±4.9	0.31±0.05
ICS2-4(1600°C)	34.96±4.02	48.6±3.0	0.18±0.04

При повышении температуры отжига происходит незначительное увеличение модуля Юнга. Прочность и деформация до разрушения при температурах отжига 1200°C и 1400°C одинаковые, тогда как повышение температуры отжига до 1600°C приводит к снижению предела прочности и деформации до разрушения.

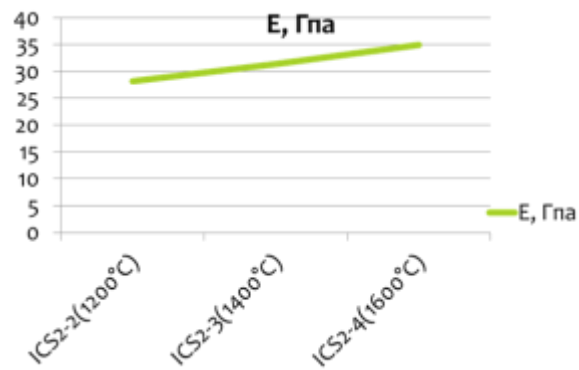


Рисунок 3.6 - Увеличение модуля Юнга при повышении температуры гомогенизационного отжига

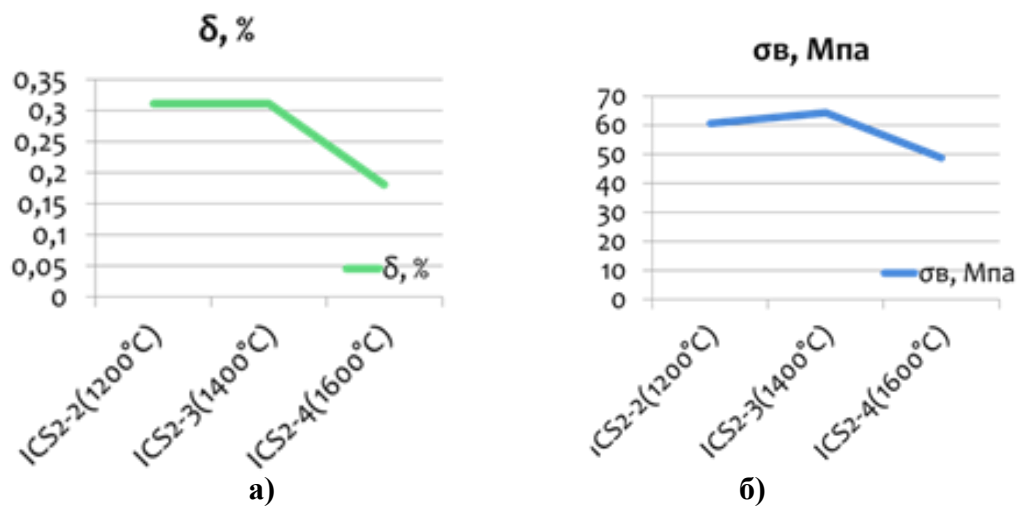


Рисунок 3.7 - Снижение предела прочности (а) и деформации (б) до разрушения при повышении температуры гомогенизационного отжига до 1600°C



Рисунок 3.8 - Образец материала из диоксида алюминия до и после испытания на изгиб

Такое поведение можно объяснить тем, что при отжиге 1600°C оксид алюминия переходит в кубическую фазу (корунд) – становится более хрупким. При сжатии, когда уровень расклинивающих напряжений в образце существенно ниже, чем при изгибе, данное изменение структуры материала не сказывается на его деформационном поведении.

На основании полученных экспериментальных данных можно заключить, что оптимальной температурой отжига, при которой керамика обладает наилучшими прочностными свойствами, является 1400°C . Однако, принимая во внимание то обстоятельство, что нагрев в большинстве лабораторных печей в зуботехнических лабораториях ограничен температурой 1200°C , в качестве рабочей температуры отжига можно рекомендовать именно ее, поскольку механические свойства керамики при отжиге на 1200°C и 1400°C близки.

Благодаря использованию технологии плазменного напыления, полученный керамический материал на основе оксида алюминия стоматологического назначения, обладает механическими свойствами, позволяющими подвергать его механической обработке, в частности, подвергать обработке фрезерованием, что позволяет использовать её для изготовления ортопедических конструкций современным методом с использованием CAD-CAM системы [8, 24].

Измерение микротвердости показали, что образцы керамики обладают близкими прочностными свойствами. Значения микротвердости по Виккерсу для всей керамики, независимо от температуры гомогенизационного отжига, были порядка 9 ГПа, что близко к литературным данным для оксида алюминия в гамма-фазе (рис. 3.9).

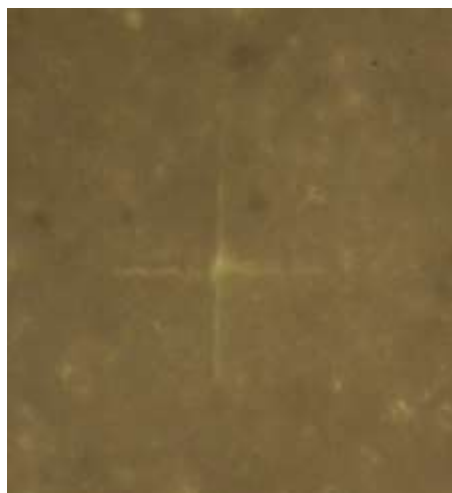


Рисунок 3.9 - Микроиндентирование поверхности образца керамики Al_2O_3 по Виккерсу.

Результаты определения усадки, плотности и пористости керамических образцов при отжиге

Результаты определения усадки, плотности и пористости керамических образцов при отжиге разработанной керамики при температуре $1200^{\circ}C$, $1400^{\circ}C$ и $1600^{\circ}C$ представлены в таблице 3.4.

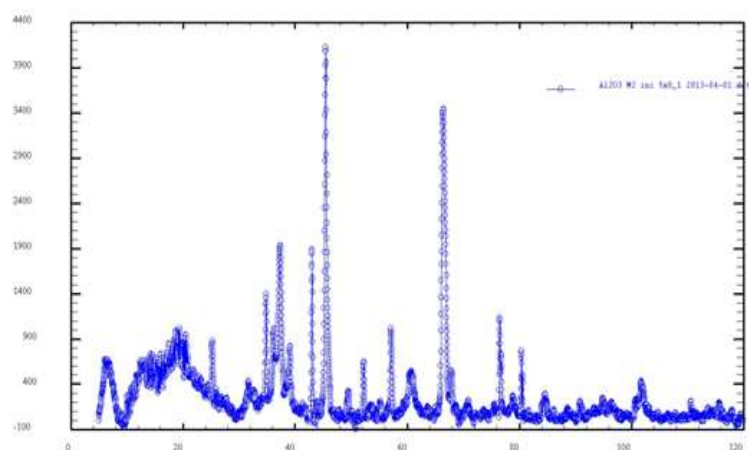
Таблица 3.4 - Величины усадки и плотности образцов

№	$t_{\text{обжига}}$, $^{\circ}C$	dL, %	dV, %	$\rho_{\text{геометр}}$, $г/см^3$	$\rho_{\text{отн}}$, %	пористость, %
1	1200	1,8	5,3	3,28	82,2	11
2	1400	2,0	5,9	3,34	83,7	11
3	1600	2,9	8,5	3,56	89,2	8,6

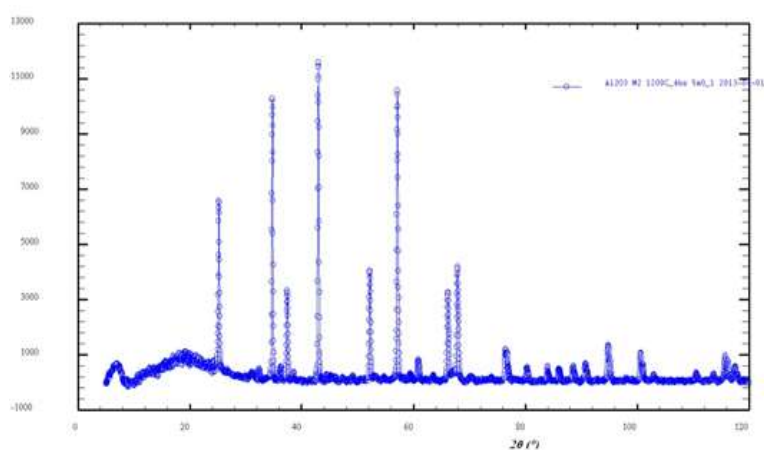
Полученные данные соответствуют требованиям ГОСТ 31571 - 2012 «Керамика стоматологическая. Технические требования. Методы испытаний» [17].

Изучение микроструктуры керамических образцов

После приготовления образцы представляли собой смесь фаз, основной из которых была γ -фаза (рис. 2.5. а). После отжига в течение 2 часов при 1200°C в образцах группы 1 помимо гамма-фазы оксида алюминия присутствуют линии еще нескольких фаз. По результатам рентгенофазового анализа образцы групп 2 и 3 идентифицированы как однофазные (гамма-фаза). На рисунке 3.10 приведены типичные дифрактограммы, снятые с поверхностей образцов керамики на основе оксида алюминия [5].



а



б

Рисунок 3.10 – Дифрактограммы, снятые с образцов керамики Al_2O_3 : а) исходные образцы; б) после гомогенизационного отжига (2 часа при 1200°C)

Таким образом, после отжига при 1200°C разработанная керамика находится преимущественно в гамма-фазе.

Результаты определения микротвердости облицовочного слоя и оценки прочности соединения облицовочного слоя

Значения микротвердости поверхности облицовочной керамики Vita VM 7 у всех образцов были порядка 6 ГПа, что меньше в сравнении со значениями, полученными при индентировании образцов оксида алюминия (9ГПа).

При анализе трещин, образовавшихся на вершинах граней индентора во всех образцах в облицовочном слое керамики, было выявлено их соотношение 1/1, относительно диагонали отпечатка индентора.

Ни в одном из образцов не было отмечено разрушения связи облицовочной керамики с керамикой из оксида алюминия (рис.3.11).



Рисунок 3.11 - Качественно подобные отпечатки индентора в облицовочном слое керамики. Видно трещины, идущие от вершин граней отпечатка индентора

Полученные результаты позволили сделать вывод, что предварительная обработка поверхности оксида алюминия не влияет на качество связи облицовочного слоя керамики с данным материалом. Это возможно, благодаря равномерной пористости материала порядка 10% при применении метода плазменного напыления для получения отечественного материала. При этом, учитывая опыт работы с зарубежными аналогами оксидной керамики, предварительное пескоструирование частицами оксида алюминия размером 50

мкм поверхности желательна с практической точки зрения. В процессе фрезерования изделий методом CAD-CAD возможен эффект «полирования» поверхности вытачиваемого каркаса алмазными фрезами. Кроме того, пескоструирование позволяет удалить возможные загрязнения с поверхности каркаса. После данного процесса можно наносить облицовочную керамику.

3.3 Результаты фармакологических испытаний

Оценка действия нового материала на основе оксида алюминия на лабораторных животных

Каждое новое синтезированное химическое соединение требует безотлагательной токсикологической оценки, так как она является основой предупреждения вредного воздействия химических соединений на человека при производстве и потреблении продукта. Первичная экспертиза должна сопутствовать их разработке ещё на "стадии пробирки", постепенно усложняясь по мере перехода к полужаводскому и заводскому производству. Раннее токсикологическое исследование позволяет избежать ненужных затрат, связанных с заменой более токсичных и более опасных веществ, а иногда и целых технологических процессов менее токсичными и менее опасными, однако обладающими теми же необходимыми свойствами [19].

Для оценки действия материала на основе оксида алюминия на лабораторных животных была изучена острая и хроническая токсичность материала, исследовались поведенческие реакции крыс.

Результаты изучения острой токсичности керамики

В результате исследований выявлено втяжение боковых стенок живота у мышей и крыс в первые 2 ч после внутрижелудочного введения, повышение активности животных через 15–30 мин после внутрижелудочного введения. Летальных исходов отмечено не было. Результаты представлены в таблице 3.5.

Таблица 3.5 Показатели острой токсичности материала

Препарат, концентрация	Доза, мл	Количество во в группе		Погибло		Выжило		Величина ЛД ₅₀ , мг/кг
		♀	♂	♀	♂	♀	♂	
Мыши								
Оксид алюминия внутрижелудочно 0,1г/мл - 10%	0,5	6	6	0	0	6	6	Не определяется
Vita In-Ceram Alumina внутрижелудочно 0,1г/мл - 10%	0,5	6	6	0	0	6	6	Не определяется
Крысы								
Оксид алюминия внутрижелудочно 0,1г/мл - 10%	5	6	6	0	0	6	6	Не определяется
Vita In-Ceram Alumina внутрижелудочно 0,1г/мл - 10%	5	6	6	0	0	6	6	Не определяется

Представленный в таблице материал свидетельствует об отсутствии острой токсичности исследуемого материала оксид алюминия в изученном диапазоне доз. ЛД₅₀ нам выявить не удалось. Это явилось основанием приступить к изучению возможности проявления хронической токсичности.

Результаты исследования хронической токсичности у кроликов породы “Chichilla”

За указанный период ни в одном случае не наблюдали возникновения эритемы и отека у кроликов породы “Chichilla”. У всех животных было отмечено отсутствие раздражающего действия.

Таким образом, по степени выраженности раздражающего действия на кожу и слизистые оболочки керамический наноструктурированный материал на основе оксида алюминия и Vita In-Ceram Alumina относится к «0» классу веществ по пятибалльной системе по Алексеевой О.Г., Петкевич А.И. [4].

Влияние наноструктурированной керамики на основе оксида алюминия и Vita In-Ceram Alumina на ориентировочно-исследовательские реакции крыс

В проведённом исследовании поведенческие реакции оценивали по пяти параметрам, которые характеризуют и определяют степень активности и взаимодействия корковых, подкорковых, мозжечковых и стволовых структур мозга крыс сформированных филогенетически в виде устойчивой адаптивной системы как инстинкт самосохранения (табл. 3.6). Время ухода животных с центрального круга достоверно увеличилось к концу первой недели эксперимента и самое медленное покидание животными центра круга наблюдалось на 3 сутки.

Таблица 3.6 - Оценка двигательных-поведенческих реакций животных в «открытом поле» ($M \pm \sigma$)

Тип реакции	Группа сравнения	3 сутки	7 сутки	14 сутки
Уход с поля центр круга (сек)	1,57±0,79	4,43±1,4*	2,43±1,51*	1,86±2,61*
Квадраты количество (3мин)	21,71±6,13	8,29±3,73*	12,14±1,86*	20,71±2,43*
Вставание количество (3мин)	5,71±2,06	4,71±2,06*	4,86±1,57*	5,0±0,82*
Умывание количество (3мин)	4,0±0,82	2,14±1,68*	3,29±1,89*	4,14±0,9*
Заглядывание количество (3мин)	4,7±1,6	2,14±1,46*	3,57±2,15*	5,0±1,15*

* - статистически значимые отличия с группой сравнения, $p < 0,05$

Увеличение времени нахождения животного в круге можно расценить как

состояние заторможенности двигательных реакций, и увеличение латентной реакции на раздражение двигательных центров мозга в результате хронической интоксикации.

Рефлекторное угнетение двигательных реакций обусловлено высокой чувствительностью нервной системы к любым повреждающим воздействиям.

Квадраты – количество передвижений по квадрату за 3 минуты – характеризует координацию действий, двигательную и мышечную активность, т.е. функциональные возможности мозжечка, корковых и подкорковых структур, а, прежде всего афферентно-эфферентных связей нервной системы.

Количество пройденных квадратов во всех экспериментальных группах было достоверно снижено. Наибольшее снижение пройденных квадратов выявлено в группе на 3 сутки. Отмечается достоверное снижение количества пересечения животным квадратов за 3 минуты, против исследований в группе сравнения в 2,8 раза (8 против 21,8). Полученные результаты позволяют предположить увеличение латентного периода на раздражение у животных с замедлением целенаправленной двигательной активности и ухудшения координации у крыс в связи с нарушением корково-подкорковых и мозжечковых связей и угнетения двигательных центров нервной системы.

Вертикальная активность не отличалась от показателей группы сравнения.

Безусловно-рефлекторное, поведение экспериментальных животных на первой неделе наблюдения достоверно изменилось с уменьшением частоты стереотипных «умываний» относительно группы сравнения. Следовательно, эволюционно сформированная модель двигательных автоматизмов поведения животных подвержена воздействию к изменяющимся условиям внешней среды, патогенных микроорганизмов и иммунопатологическим повреждениям нервной системы.

Инстинкт самосохранения и обнаружения опасности в поведении животного, оцениваемого по количеству заглядываний, угасает уже к 3-м суткам проводимого исследования. Это подтверждается достоверным снижением

частоты заглядываний животных во всех экспериментальных группах в состоянии иммунного воспаления, что характеризует высокую чувствительность нервной системы с повреждением афферентно-эфферентных связей к воздействию хронического воспаления, что способствует ухудшению адаптации в предлагаемых условиях.

Таким образом, была отмечена тенденция к снижению активности крыс на 3-и сутки, однако все показатели пришли в норму к концу 2-ой недели наблюдений. Исходя из полученных данных, оксид алюминия не обладает угнетающим действием на ЦНС

Результаты исследования показателей крови крыс линии “Wistar”

Полученные результаты проведенных исследований свидетельствуют о достоверном увеличении количественных показателей эритроцитов и гематокрита в экспериментальной группе на 7 сутки и достоверной их нормализацией их относительно группы сравнения к 14 суткам (табл.3.6.).

При определении гемоглобина во всех экспериментальных группах не выявлено достоверных отличий от показателей группы сравнения.

При оценке содержания лейкоцитов периферической крови выявлено достоверное увеличение в группах на 3 сутки и в период с 7 по 14 сутки отмечается их снижение до исходных показателей.

Абсолютное содержание лимфоцитов периферической крови, имело место к увеличению их количества в эксперименте на 3 сутки относительно показателей группы сравнения и достоверное снижение в группе исследования на 7 и 14 сутки.

Количество палочкоядерных нейтрофилов с достоверностью увеличено относительно показатели группы сравнения в эксперименте на 3 и 7 сутки.

Абсолютное содержание сегментоядерных нейтрофилов достоверно превысило показатели группы сравнения в эксперименте на 7 сутки, тогда как в группе на 3 сутки выявлено достоверное снижение показателей.

Таблица 3.7 - Результаты исследования показателей крови экспериментальных животных, $M \pm \sigma$

Показатели	Группа сравнения	3 сутки	7 сутки	14 сутки
Эритроциты, 10 ¹² /л	5,78±1,36	5,86±1,54	5,8±1,42	5,7±1,35
Ht, Об. доля	0,33±0,09	0,31±0,01	0,38±0,01	0,33±0,09
Hb, г/л	143±2,66	140±2,84	142,4±3,05	142±2,71
СОЭ, мм/ч	4±0,58	7,3±1,21	5,1±1,14	4,2±0,69
Лейкоциты, 10 ⁹ /л	8,2±1,71	9,7±1,86	8,81±1,81	8,3±1,79
Эозинофилы, 10 ⁹ /л	0,09±0,08	0,3±0,09	0,24±0,14	0,11±0,09
Нейтрофилы палочкоядерные, 10 ⁹ /л	0,08±0,06	0,2±0,07	0,16±0,09	0,09±0,06
Нейтрофилы сегментоядерные, 10 ⁹ /л	1,63±0,38	1,84 ±0,46	1,82±0,54	1,67±0,42
Лимфоциты, 10 ⁹ /л	6,17±1,35	6,97±1,51	6,26±1,46	6,2±1,41
Моноциты, 10 ⁹ /л	0,23±0,09	0,39±0,08	0,33±0,16	0,23±0,14

* - статистически значимые отличия с группой сравнения, $p < 0,05$

Показатели абсолютного содержания эозинофилов в эксперименте на 7 сутки, относительно группы сравнения имели место к стойкому их увеличению.

При оценке абсолютного содержания моноцитов выявлено достоверное превышение в группах исследования на 7 сутки, против данных группы сравнения. В группе на 3 сутки эксперимента выявлено достоверное увеличение в 2 раза абсолютного содержания моноцитов против данных группы сравнения.

У лабораторных животных выявлено достоверное увеличение СОЭ в 1,8 раза в группе на 3 сутки против показателей группы сравнения. Необходимо отметить, что в эксперименте на 14 сутки большинство показателей стало соответствовать норме или имело место тенденции к ее приближению.

У лабораторных животных при проведении биохимических исследований выявлены достоверные отклонения от показателей группы сравнения (табл. 3.8).

Таблица 3.8 Результаты биохимического исследования сыворотки крови экспериментальных животных ($M \pm \sigma$)

Показатели	Группа сравнения	3 сутки	7 сутки	14 сутки
Белок , г/л	77,29± 1,6	74,86± 1,9	75,71± 1,81	76,83± 1,68
Альбумин , г/л	36,69± 2,72	39,08±3,08	38,26± 2,83	37,03± 2,77
АСТ , U/л	203,13±26,5	225,86±31,1	217,9±27,96	202,57±27,3
АЛТ , U/л	177,64±13,94	206,14±14,13	191,7± 10,8	174,91±12,9

* - статистически значимые отличия с группой сравнения, $p < 0,05$

Количество общего белка достоверно снижено во все сроки эксперимента, и наибольшее снижение показателей выявлено на 7 сутки наблюдения. Концентрация альбумина достоверно увеличена во все сроки наблюдения.

Анализируя полученные результаты, сделано заключение: достоверное увеличение АСТ у лабораторных животных в эксперименте на 3 сутки против данных группы сравнения, при этом в последующие сроки наблюдения и в частности на 7 сутки выявлено снижение количества АСТ и к 14 суткам концентрация его соответствовала показателям группы сравнения. Похожую картину мы наблюдаем при анализе показателей количества АЛТ против группы данных сравнения, когда в группе наблюдения на 3 сутки выявлено достоверное увеличение.

Результаты морфологического исследования слюнных желез крыс

Проведенные морфологические исследования околушных слюнных желез крыс (орган мишень) и глубокие слои кожи выявили ряд изменений относительно контрольной группы (рис.3.12 -3.15). В железе определен интерстициальные склероз (1) слабо выраженный. Междольковый проток (2) в норме.

На 3 сутки (рис. 3.15) в железе выявлен слабо выраженный периваскулярный инфильтрат (2) на фоне слабо выраженной дистрофии мукоцитов (1).

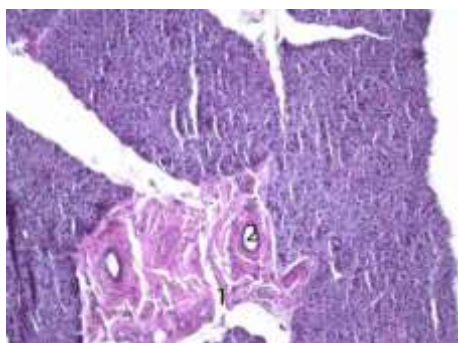


Рисунок 3.12 - Околоушная слюнная железа крысы. Окраска гематоксилином и эозином. Ув. х 100. Контроль
Обозначения: 1. - интерстициальный склероз 2. - междольковый проток

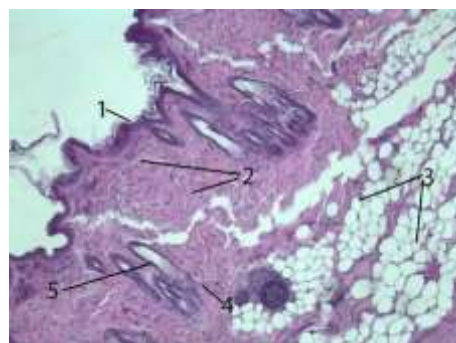


Рисунок 3.13 - Кожа Окраска гематоксилином и эозином. Ув. х 100. Контроль
Эпидермис (1), дерма (2), подкожно-жировая клетчатка (3), сальные железы (4), волосяной фолликул (5)

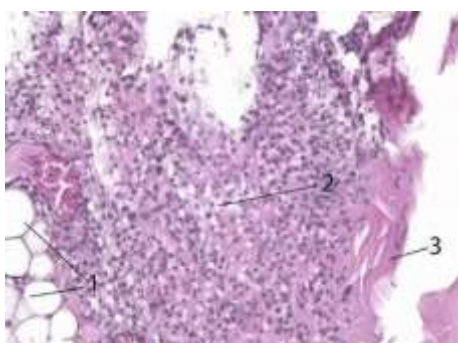


Рисунок 3.14 - Глубокие отделы кожи крысы на 3 сутки. Окраска гематоксилином и эозином. Ув. х 400. 1. Жировая ткань 2. круглоклеточный инфильтрат (лимфо-гистиоцитарный) 3. Мышца. В глубоких слоях кожи определен круглоклеточный лимфоцитарно-гистиоцитарный инфильтрат.

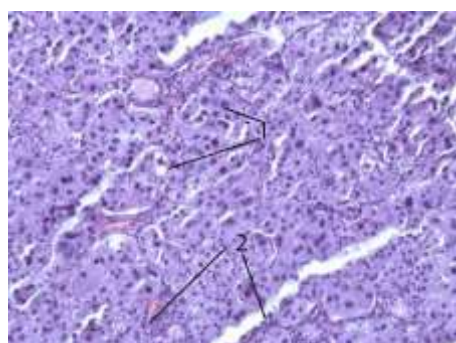


Рисунок 3.15 - Околоушная слюнная железа крысы на 3-е сутки. Окраска гематоксилином и эозином. Ув. х 400. 1 - Слабо выраженная диспропорция мукоцита 2.- Слабо выраженный периваскулярный инфильтрат

На 7 сутки в ткани железы выявлен слабо выраженный интерстициальный склероз (рис.3.16). Вокруг междольковых протоков (1) определяется небольшое скопление лимфоцитов (3). Добавочные протоки практически не претерпели никаких изменений(2).

Совершенно другую картину мы выявили в процессе изучения глубоких слоев кожи (рис.3.17), где четко определено продуктивно-гнойное воспаление. Связано это с тем, что в процессе проведения эксперимента, мы намеренно подшивали волоски с кожи животного под кожу с целью активации воспалительного процесса. В препарате выявлено скопление макрофагов (2).

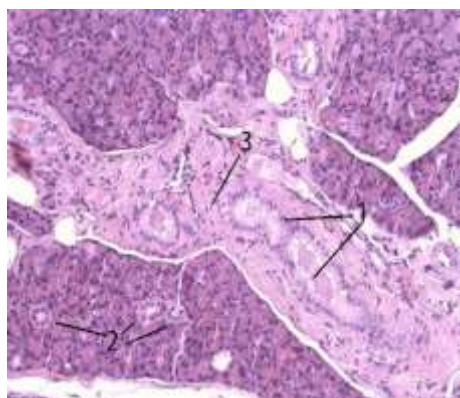


Рисунок 3.16 - Околоушная слюнная железа крысы на 7 сутки.

Окраска гематоксилином и эозином. Ув. x 100.

1. Междольковые протоки
2. Вставочные протоки
3. Лимфоциты (слабое воспаление)

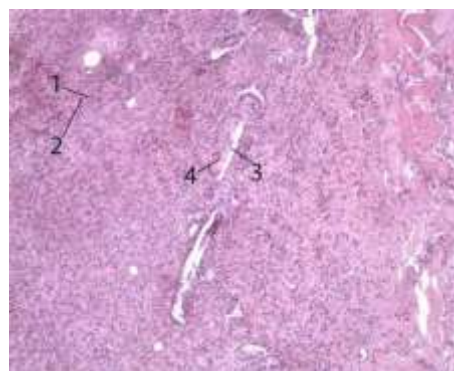


Рисунок 3.17 - Глубокие отделы кожи крысы на 7 сутки.

Окраска гематоксилином и эозином. Ув. x 100.

1. Эпителиоидные клетки
2. Макрофаги.
3. Стержень волоса
4. Гигантская клетка типа инородных тел

При большем увеличении паренхимы слюнной железы (рис.3.18) в микропрепарате определяется гиперхромное ядро (1), что явилось ответной реакцией на воспаление, а также слабо выраженный лимфоцитарно-макрофагальный инфильтрат(2).

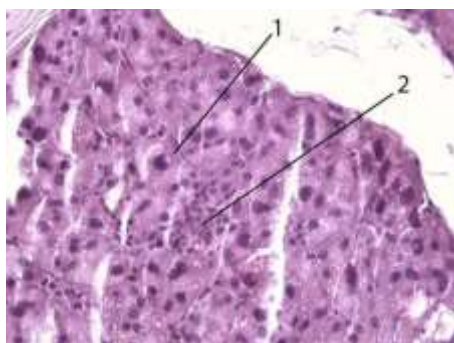


Рисунок 3.18 - Околоушная слюнная железа крысы на 7 сутки

Окраска гематоксилином и эозином. Ув. х 400.

1. Гиперхромное ядро (ответ на воспаление) 2. Слабо-выраженный инфильтрат (лимфоциты, макрофаги)

На 14 сутки морфологических изменений мы не выявили (рис.3.19, 3.20). Слюнная железа пришла в норму. Отсутствует воспаление в железе. Морфологическая картина микропрепарата соответствует контрольному микропрепарату. Определяются хорошо выраженные протоки железы (1). Секреторные отделы (2). Ядра все одинакового размера.

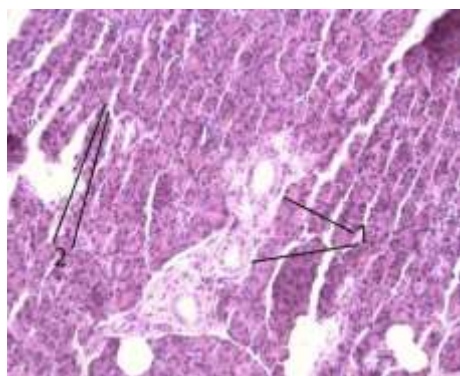


Рисунок 3.19 - Околоушная слюнная железа крысы на 14 сутки

Окраска гематоксилином и эозином. Ув. х 100.

Протоки слюнных желез 2. Секреторные отделы слюнной железы (мукоциты, сероциты. Ядра все одного размера)

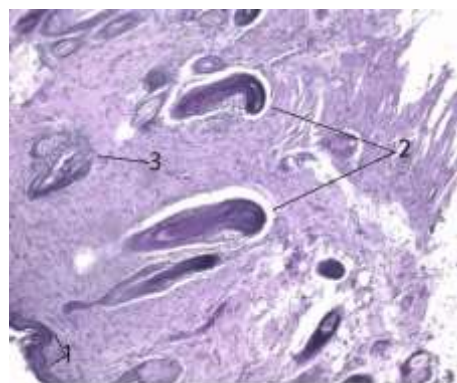


Рисунок 3.20 - Глубокие отделы кожи крысы на 14 сутки.

Окраска гематоксилином и эозином. Ув. х 400. 1 -

Эпидермис 2. - Волос. 3. -

Сальная железа

Примерно такая же картина выявлена при изучении микропрепаратов глубоких слоев кожи. При наличии инородного тела (2) отсутствует реакция как

со стороны поверхностных слоев (1) , так и слюнных желез (3) и более глубоких слоев.

Полученные данные позволяют сделать следующее **заключение:**

Согласно проведенной оценке результатов с использованием статистического анализа по клиническим, биохимическим и иммунологическим показателям крови, по всем параметрам реакций поведения лабораторных животных и морфологическому исследованию слюнных желез установлена биологическая инертность исследуемого керамического материала на основе оксида алюминия.

3.4 Результаты клинических исследований

Оценка состояния эпителиоцитов, скорости слюноотделения обследуемых добровольцев

Эпителию слизистой оболочки рта принадлежит важная роль в реализации ряда защитных механизмов, к которым относятся высокая ферментативная активность, наличие в эпителии большого количества гликогена, высокая интенсивность обменных процессов и их способность к быстрой перестройке [11].

Частота возникновения патологий слизистой оболочки полости рта при использовании стоматологических материалов достаточно высока, даже в условиях того, что многие из них являются стандартизированными и разрешенными [22].

В связи с этим, изучение факторов защиты полости рта у пациентов при использовании новых материалов является весьма актуальным.

Проведенные цитологические исследования показали, что количество эпителиальных клеток с 0 классом деструкции у пациентов контрольной группы составило $96,4 \pm 0,89$ %, в то время как в исследуемой группе и группе сравнения этот показатель не выявил достоверных отклонений как с данными контрольной группы, так и между собой и составил соответственно – $93,59 \pm 1,37$ и $92,5 \pm 0,71$ % (табл. 3.9.). Определен низкий процент эпителиальных клеток с 1,2,3-им

классами деструкции в контрольной группе, и эти значения не имели достоверного диагностического отличия как в исследуемой группе, так и в группе сравнения (рис. 3.21-3.23).

Буккальные эпителиоциты (БЭ) с 4-м классом деструкции не выявлены ни в одной из исследуемых групп.

Таблица 3.9 - Степень деструкции буккальных эпителиоцитов в исследуемых группах, % (M±m)

Группа	Класс деструкции эпителиоцитов				
	0	1	2	3	4
контрольная группа	96,4±0,89	1,6±0,89	1±0,0	1±0,0	0±0,0
исследуемая группа	93,59±1,37 p,p ² >0,05	3,95±0,79 p,p ² >0,05	1,23±0,69 p,p ² >0,05	1,23±1,07 p,p ² >0,05	0±0,0
группа сравнения	92,5± 0,71 p,p ¹ >0,05	4,5±0,67 p,p ¹ >0,05	2,0±0,64 p,p ¹ >0,05	1,0±0,79 p,p ¹ >0,05	0±0,0

p - статистически значимые отличия контрольной группы и исследуемой группы;

p¹ - статистически значимые отличия контрольной группы и группы сравнения;

p² - статистически значимые отличия исследуемой группы и группы сравнения

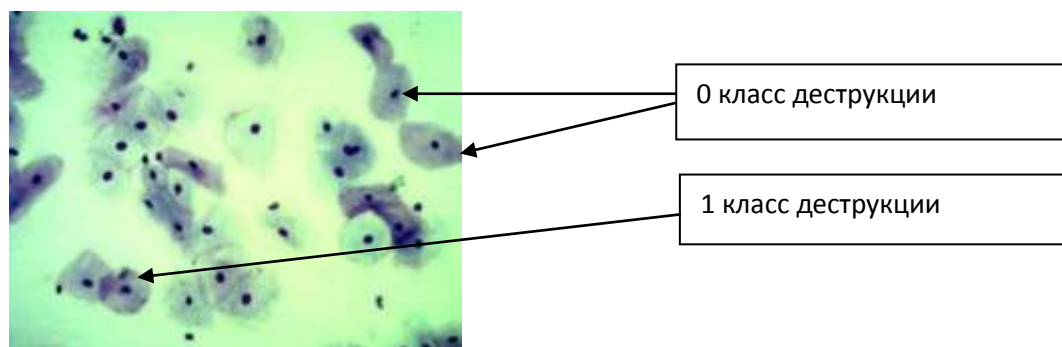


Рисунок 3.21 - Буккальные эпителиоциты, исследуемая группа, окраска Романовского-Гимза, Увел.х800

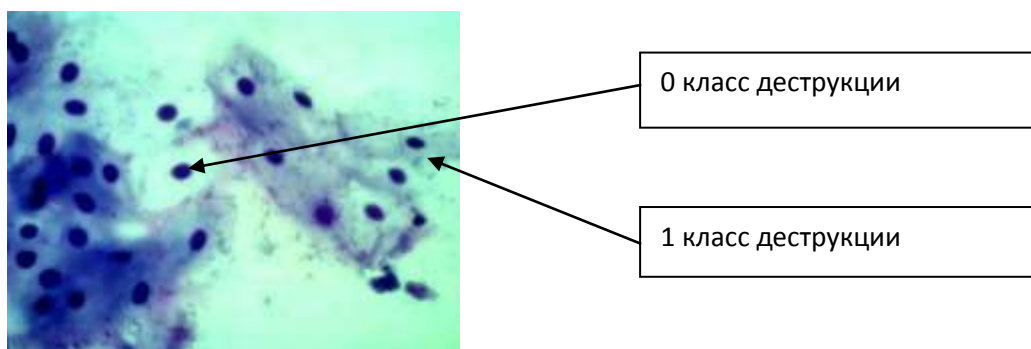


Рисунок 3.22 - Буккальные эпителиоциты, группа сравнения, окраска Романовского-Гимза, увел.х800

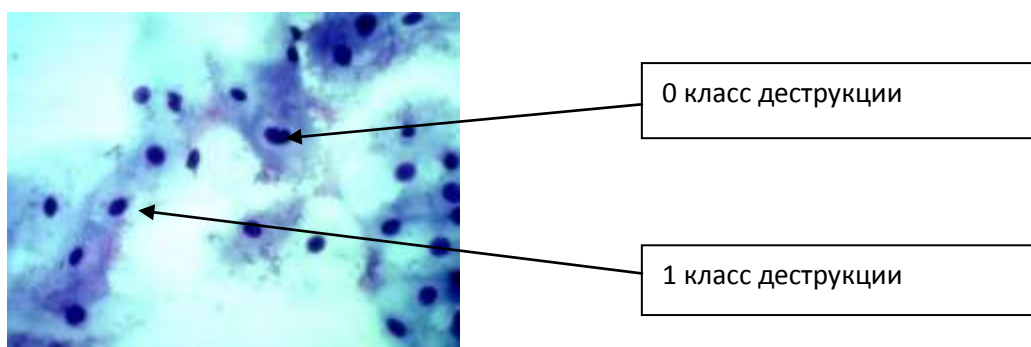


Рисунок 3.23 - Буккальные эпителиоциты, контрольная группа, окраска Романовского-Гимза, увел.х800

Во всех мазках соскобах исследуемой группы и группы сравнения были выявлены единичные мононуклеары.

Фибробласты определены в единичном количестве в 3 - х препаратах. Гранулоциты отсутствовали во всем взятом материале. Лимфоциты определялись от 2 до 10 на 100 эпителиальных клеток. Воспалительно-деструктивные изменения оценивали с помощью ВДИ, который определялся в у.е. Полученные значения ВДИ во всех исследуемых группах соответствуют норме и не выявили достоверных отличий между собой.

Представленные данные цитологического исследования клеточного состава мазков соскобов и результатов вычисления ВДИ контрольной группы, исследуемой группы и группы сравнения свидетельствуют, что во всех исследуемых группах показатели сопоставимы между собой, не имеют достоверных отличий и соответствуют норме (рис. 3.24). Используемые

материалы в исследовании не вызывали воспаления и развития деструктивных процессов со стороны слизистой оболочки полости рта.

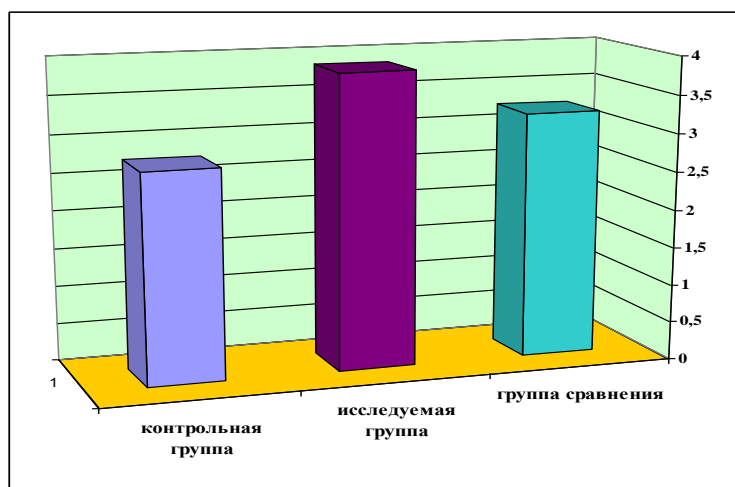


Рисунок 3.24 - Результаты определения воспалительно – деструктивного индекса (ВДИ) в у.е. в сравниваемых группах

При подсчете скорости слюноотделения до введения в полость рта исследуемого материала и после 30-минутной экспозиции образцов материала в полости рта значения скорости слюноотделения у испытуемых не менялись и составили значения от 5.2 до 6.5 мл / 10 мин.

Полученные данные по скорости слюноотделения оказались аналогичными таковым у исследуемых добровольцев в группе сравнения.

Таким образом, материал на основе оксида алюминия производства ЗАО «Уралинтех» не влияет на скорость слюноотделения.

На основании полученных данных можно предположить, что оксид алюминия, полученный методом плазменного напыления, является биосовместимым, инертным материалом, пригодным для применения в медицине для изготовления стоматологических ортопедических конструкций

Реакция тканей полости рта обследуемых добровольцев на материал образца

Реакция тканей полости рта обследуемых добровольцев на материал образца оценивалась путем сравнения значений коэффициента функциональной асимметрии исходного (базового) измерения и коэффициента функциональной асимметрии, полученного при измерении с исследуемым образцом. Коэффициенты рассчитывали с помощью программного обеспечения «Лира-100bt».

Согласно данным авторов методики экспресс диагностики реактивности слизистой оболочки полости рта с помощью комплекса «Лира-100bt» [6, 7] при текущем (с образцом) коэффициенте функциональной асимметрии больше либо равному исходному (базовому) коэффициенту функциональной асимметрии, можно говорить о наличии патологического влияния стоматологического материала на состояние полости рта пациента, то есть реакция организма на материал отрицательная. В обратном случае можно сделать вывод об отсутствии патологического влияния стоматологического материала на состояние полости рта пациента, то есть реакция организма на материал положительная (рис. 3.25).

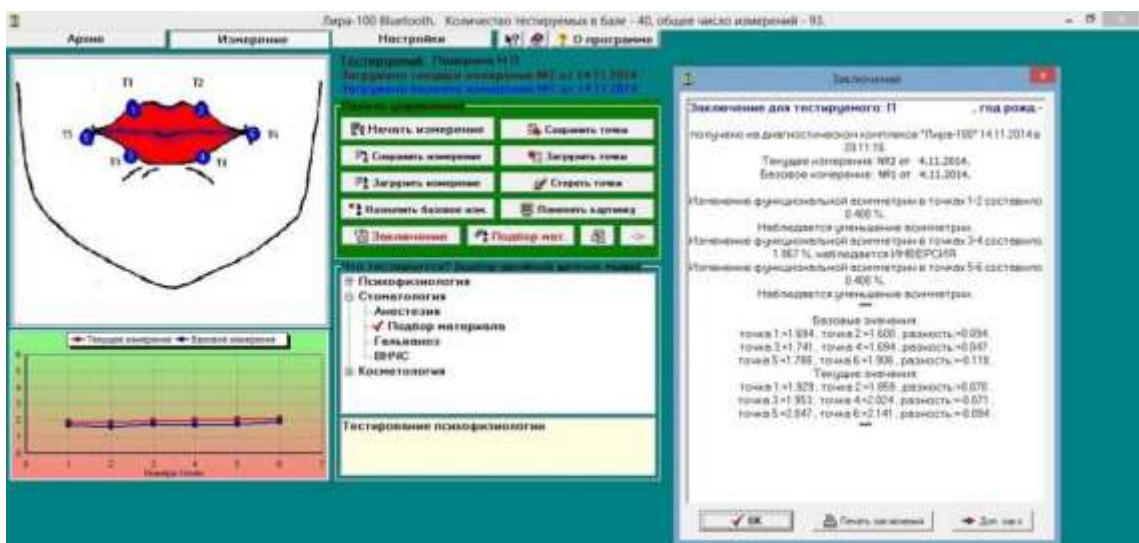


Рисунок 3.25 - Пример результатов определения влияния керамического материала на основе оксида алюминия на органы и ткани полости рта и организм в целом

Проведенные верификационные исследования позволили получить в 100% случаев отсутствие негативного влияния на организм и слизистую оболочку полости рта у обследуемых добровольцев (рис 3.26). Коэффициент функциональной асимметрии исходного (базового) измерения и коэффициента функциональной асимметрии, полученного при измерении с исследуемым образцом отличается на 4,1%.

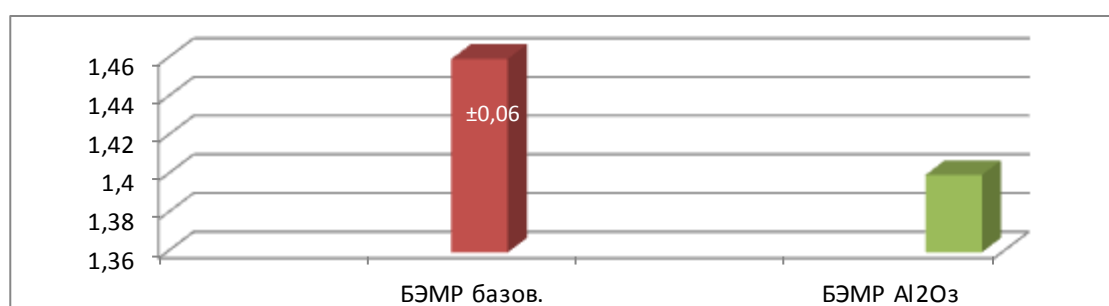


Рисунок 3.26 - Результаты определения индекса БЭМР на ЭДП «ЛИРА-100 bt» у исследуемых добровольцев без контакта и после контакта слизистой оболочки губ с материалом на основе оксида алюминия

Проведенные нами исследования показали биологическую индифферентность изученного материала у 100% обследуемых здоровых пациентов, что позволяет рекомендовать исследуемый керамический материал на основе оксида алюминия для дальнейшего изучения и применения в клинической практике.

Результаты проверки технических этапов изготовления одиночных коронок из разработанного материала

В ходе проведенных ранее исследований было установлено, что разработанная нами керамика обладает всеми необходимыми прочностными свойствами и легко поддается фрезерованию в сыром виде.

Данные определения микротвердости керамики позволили сделать вывод, что керамика является твердой, поэтому для фрезерования конструкций из дисков с

помощью CAD-CAM метода возможно только алмазными фрезами, твердосплавные фрезы для этого не подходят.

В ходе сканирования моделей с помощью 3-х осного сканера S50/D не было отмечено никаких трудностей.

На аппарате Wieland «Zenotec Select» были отфрезерованы каркасы одиночных коронок, было отмечена легкость фрезерования дисков из разработанной керамики. Ни одна фреза в аппарате не пришла в негодность.

Механические испытания керамики показали, что оптимальная температура гомогенизационного отжига составляет 1200°C. После высокотемпературного отжига каркасов из разработанной керамики в течение в течение 2 часов ни в одном каркасе одиночных коронок не было обнаружено трещин/дефектов/пористости. При этом точность посадки каркасов на рабочих моделях не была нарушена (рис.3.27). Было сделано заключение, что усадка после высокотемпературного отжига незначительна и составляет не более 1.5 – 2%.



Рисунок 3.27 - Оценка точности посадки каркаса из разработанной керамики на модели

Успех при изготовлении каркасов одиночных коронок явился основанием для дальнейшего нанесения облицовочной массы Vita VM7 Enamel и Dentin.. КТР выбранной массы $(7,2 - 7,9) \times 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$ максимально соответствует КТР разработанной керамики из оксида алюминия $8,1 \times 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$. После спекания

облицовочных слоев керамики при температуре 980°C согласно инструкции производителя и полировки коронки при визуальном изучении не было отмечено дефектов облицовочного слоя ни у одной из 5 изготовленных коронок (Рис. 3.28). Это явилось основанием для изготовления одиночных коронок пациентам.

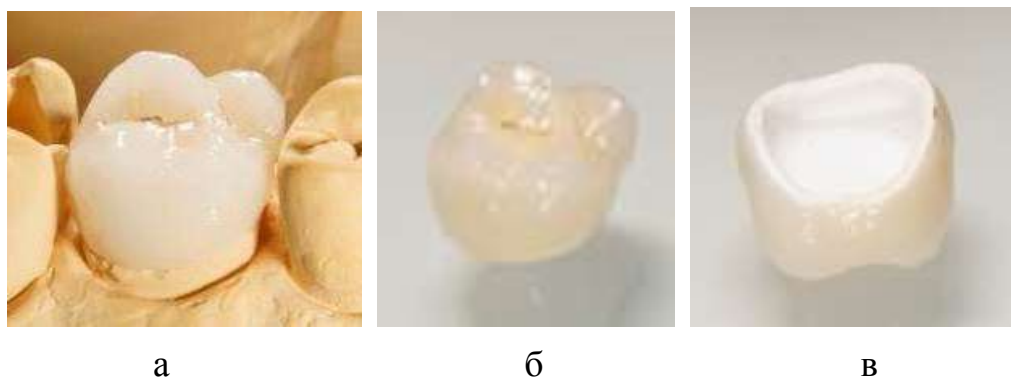


Рисунок 3.28 - Оценка качества изготовления коронки из разработанной керамики
 - а - коронка на зубе 3.7 с каркасом из разработанной керамики, облицовочный слой Vita VM7 (Dentine Base, Enamel), цвет 3M2, б – вид коронки снаружи, в – вид коронки изнутри

Таким образом, коронки с каркасами из разработанной керамики можно изготавливать с применением облицовочной массы Vita VM7 согласно инструкции производителя. При этом гомогенизационный отжиг каркасов в течение 2 часов при температуре 1200°C является оптимальным.

Результаты клинического исследования эффективности протезирования с применением коронок, изготовленных из разработанного материала на добровольцах

На базе многопрофильной стоматологической поликлиники ГБОУ ВПО УГМУ на основании одобрения ЛЭК 5 пациентам, имевшим показания к протезированию одиночными конструкциями, были изготовлены 5 коронок с каркасами из керамики производства ЗАО «Уралинтех». Для придания конструкциям эстетичности каркасы облицовывались массой Vita VM 7 Enamel и Dentine Base. С пациентами - добровольцами были подписаны договоры информированного согласия (женщины от 27 до 55 лет). Состояние здоровья

каждого из добровольцев было застраховано через страховую компанию. Для фрезерования была выбрана CAD-CAM система Zenotec select (Wieland). Система Zenotec select является открытой. Точность позиционирования осей во время фрезерования Wieland «Zenotec Select» — 3 мкм. Фрезерный модуль имеет возможность изготовления конструкций из керамических дисков, в том числе из оксида алюминия.

Для фрезерования конструкций был изготовлен диск из керамики ЗАО «Уралинтех» с геометрическими размерами $d = 98.5$ мм и $h = 12$ мм, аналогичными зарубежным материалам из керамики на основе оксида алюминия.

Сканирование рабочих гипсовых моделей, а также моделей антагонистов, изготовленных из гипса 4 и 3 класса, производилось с помощью 3-х осного сканера S50/D, совместимого с Wieland «Zenotec Select» (погрешность сканирования менее 20 мкм).

После фрезерования каркасов из керамики производства ЗАО «Уралинтех» была проведена оценка точности посадки каркасов на рабочих моделях. Далее каркасы подвергались высокотемпературному отжигу в лабораторной печи в течение 2 часов при температуре 1200°C , скорость нагрева $25^{\circ}\text{C}/\text{мин}$.

После высокотемпературного отжига оценивалась точность прилегания каркасов на рабочих моделях, а также в полости рта пациентов. Далее зубной техник наносил на каркасы облицовочные керамические массы Vita VM7 Enamel и Dentine Base. КТР данной массы в соответствие с данными завода-изготовителя составляет в $(7,2 - 7,9) \times 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$ что наиболее близко к КТР оксида алюминия.

После припасовки одиночных конструкций с каркасами из оксидной керамики производства ЗАО «Уралинтех» в полости рта, всем 5 пациентам была проведена их фиксация с применением цемента двойного отверждения Variolink 2 (Ivoclar Vivadent).

Далее пациенты были назначены на контрольный осмотр через 2 недели, а затем через 6 месяцев. В течение последующих 2 лет пациентам было рекомендовано динамическое наблюдение с осмотрами 1 раз в 6 месяцев.

В качестве иллюстраций приводим выписку из **истории болезни пациентки.**

В клинику УГМУ в ортопедическое отделение обратилась пациентка М, 55 лет для комплексного протезирования с жалобами на нарушение функции жевания.

Из анамнеза жизни: ВИЧ, гепатиты, вен. Заболевания отрицает, гипертоническая болезнь легкой степени.

Из анамнеза заболевания: ранее пациентке было проведено протезирование на верхней и нижней челюсти частичными пластиночными протезами. Качеством протезирования пациентка осталась недовольна, зуб 3.8 лечен по поводу осложненного кариеса, находился под штампованной коронкой, 1 год назад коронка была снята по парадонтологическим показаниям.

При внешнем осмотре изменений не выявлено. Прикус - физиологический.

Слизистая оболочка полости рта, бледно-розовая, влажная, блестящая. В области всех имеющихся зубов парадонтальные карманы, глубиной до 1-3 мм

Локальный статус:

Зуб 3.8. восстановлен пломбой из стеклоиномерного цемента, пломба занимает 2/3 поверхности зуба, в удовлетворительном состоянии без признаков нарушения краевого прилегания, перкуссия, пальпация в области переходной складки в проекции вершины корня зуба 3.8 безболезненна, после препарирования зуба 3.8 под цельнокерамическую коронку стенки зуба гладкие (рис. 3.29).

Упрощенный индекс гигиены полости рта удовлетворительный.

Данные прицельной рентгенографии. Корневой канал зуба 3.8 запломбирован плотно, герметично, до вершины корня, зуб 3.8 укреплен стекловолоконным штифтом, коронковая часть зуба 3.8 на 2/3 восстановлена пломбой, краевое прилегание пломбы к тканям зуба не нарушено (рис. 3.30).

Диагноз: субтотальное разрушение зуба 3.8, компенсированное удовлетворительной пломбой из стеклоиномерного цемента

Хронический генерализованный пародонтит средней степени в стадии ремиссии, частичная потеря зубов верхней челюсти 1 класс Кеннеди, частичная потеря зубов нижней челюсти 2 класс 1 подкласс Кеннеди.

План лечения:

Профгигиена полости рта

Покрытие зуба 3.8 коронкой из разработанного материала

Рациональное протезирование с изготовлением частичных съемных пластиночных протезов на верхней и нижней челюсти.

Длительное динамическое наблюдение с контролем уровня гигиены 1 раз в полгода

Лечение:

Пациентке после препарирования зуба 3.8 под одиночную цельнокерамическую коронку сняли двухфазный одномоментный оттиск частичной ложкой с применением А – силикона Silagum Putty Fast и Silagum Light Fast (DMG), зуб покрыли временной пластмассовой коронкой из материала Protemp A3 (3M ESPE). Гипсовую модель, отлитую по оттиску из гипса 4 класса, сканировали. После фрезерования каркаса из керамики производства ЗАО «Уралинтех» и последующего его отжига при температуре 1200°С, зубной техник нанес на каркасы облицовочные керамические массы Vita VM7 Enamel и Dentin Base.

После проверки качества прилегания коронка была зафиксирована на цемент двойного отверждения Variolink 2 (Ivoclar Vivadent) (рис. 3.29-3.31).

Пациентке даны рекомендации по уходу за полостью рта, график контрольных посещений. Через 2 недели состояние коронки хорошее, класс А по классификации. Через 6 месяцев – состояние коронки – хорошее, класс А по классификации А.Н. Ряховского, М.М. Антоника (2001) [70, 71]. Пациентка не предъявляет жалоб со стороны коронки, результатом лечения полностью довольна (рис. 3.32).



а



б

Рисунок 3.29 - Дефект зуба 3.8. Зуб 3.8. после препарирования
исходная ситуация



Рисунок 3.30 - Прицельный снимок зуба 3.8



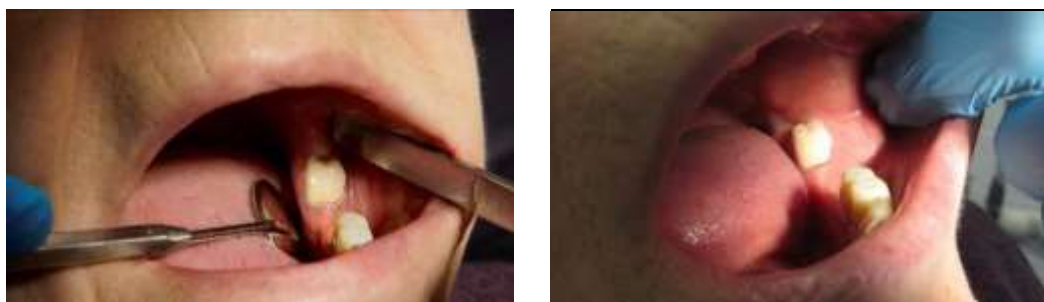
а



б

Рисунок 3.31 - Этап припасовки каркаса
коронки зуба 3.8 на рабочей модели

Этап припасовки коронки
зуба 3.8 на рабочей модели



а

б

Рисунок 3.32 - Проверка коронки зуба 3.8 в полости рта после фиксации Проверка коронки зуба 3.8 в полости рта через 6 месяцев

Результаты комплексной клинической оценки качества протезирования искусственными коронками

У всех пациентов коронки оценивали сразу после их фиксации в полости рта на постоянный цемент, последующую оценку одиночных коронок проводили через 2 недели и 6 месяцев.

Результаты тестирования приведены в виде объёмных диаграмм по всем критериям качества у исследуемой группы пациентов в момент наблюдения после фиксации, через 2 недели и 6 месяцев.

Все искусственные коронки, включённые в исследование, были оценены при первичном тестировании как «А» (хорошие), то есть были пригодны для эксплуатации и дальнейшего наблюдения.

По прошествии 2 недель показатели не изменились (Рис. 3.33). Через 6 месяцев 2 из 5 коронок имели показатель «В» за счет появления шероховатости облицовочного слоя. На рисунке 3.34 представлена диаграмма результатов тестирования качества протезирования искусственными коронками, изготовленными на основе разработанного керамического материала через 6 месяцев. У двух коронок – поверхность облицовочного слоя с щечной стороны приобрела незначительную шероховатость. На качество изготовленных каркасов из оксида алюминия это никак не повлияло. После проверки

окклюзионных контактов и полирования коронок пациенты были назначены для повторного наблюдения через 6 месяцев.

Изменение анатомии края, анатомии всей поверхности, окклюзии, цвета одиночных коронок за 6 месяцев выявлено не было.

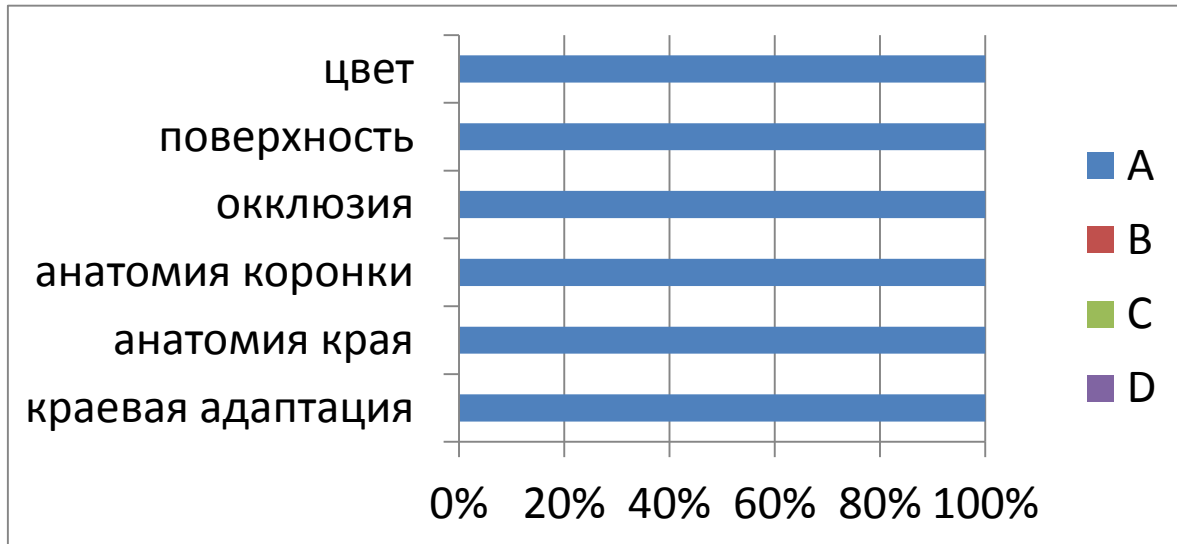


Рисунок 3.33 - Оценка качества коронок после фиксации, а также через 2 недели

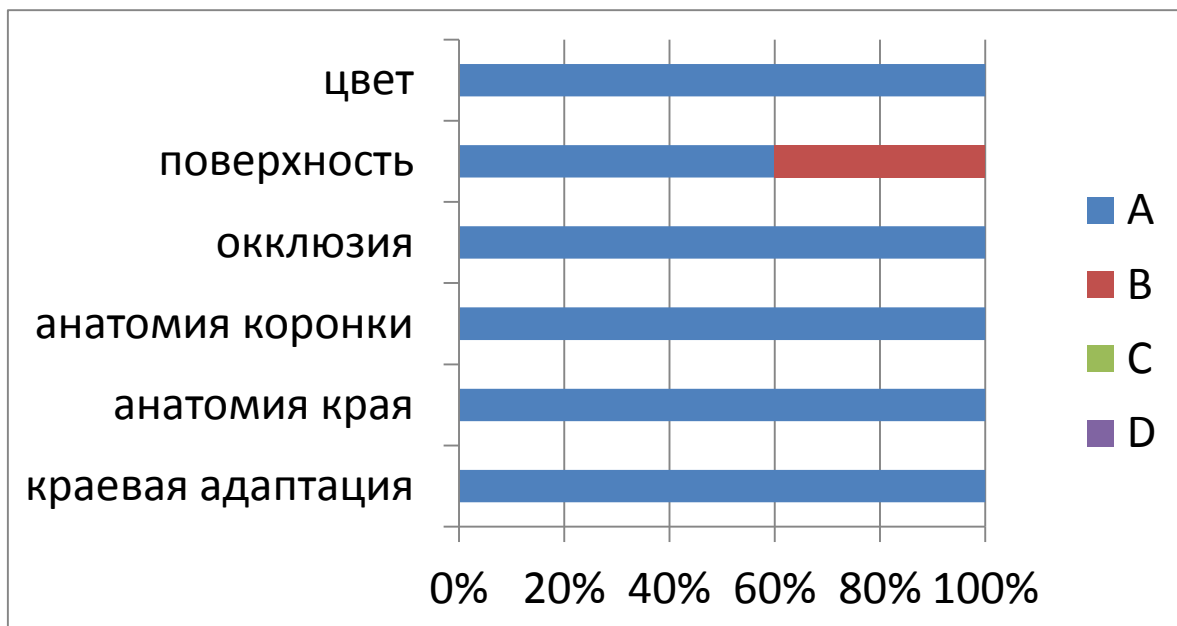


Рисунок 3.34 - Оценка качества коронок через 6 месяцев

Следует отметить, что все пациенты остались довольны качеством проведенного лечения. Необходим больший объем выборки. Однако, материал еще не прошел сертификацию, так что такое количество пациентов обусловлено ограничениями ЛЭК.

Полученные данные по оценке качества критериев изготовленных коронок по методике Антонника и Ряховского (2001) позволяют сделать вывод, что разработанный материал на основе оксида алюминия не показал осложнений в клинической практике. Требуются дальнейшие клинические исследования.

Заключение: проведенное нами углубленное изучение физико – механических и биологических свойств нового наноструктурированного отечественного материала на основе оксида алюминия, полученного методом плазменного напыления позволяет рекомендовать его для внедрения в широкую практику и оформление регистрационных удостоверений.

Глава IV

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЯ

По данным литературы «цельнокерамические реставрации» или безметалловая керамика— это общее название группы современных материалов, восстанавливающих целостность отдельных зубов и в целом зубного ряда.

Успехи стоматологического материаловедения в области конструкционных керамических материалов благодаря появлению оксида алюминия и диоксида циркония позволили существенно расширить показания к изготовлению различных конструкций как на культях зубов, витальных зубах, так и на имплантатах. Благодаря высоким эстетическим свойствам данные материалы широко стали использоваться в эстетических конструкциях зубных протезов – вкладках, искусственных коронках и мостовидных протезах как передней, так и боковой групп зубов. Зубные протезы из оксидной керамики, покрытые облицовочным керамическим слоем могут максимально естественно воссоздавать утраченные ткани зубов.

Совсем недавно считалось, что в боковых отделах зубных рядов предпочтительнее использовать классическое протезирование из металлокерамики. Твердость и прочность современных безметалловых конструкций протезов позволяет на сегодняшний день конкурировать с металлическими и металлокерамическими коронками. Одним из главных преимуществ конструкционных материалов из оксида алюминия или диоксида циркония является абсолютная биосовместимость (биоинертность) с тканями организма [51, 59].

В Россию керамические материалы для безметалловых конструкций зубных протезов в настоящее время поступают из – за рубежа, что существенно повышает себестоимость продукции, а соответственно и стоимость зубных протезов для населения. Диоксид циркония представлен многими производителями, в то время как до настоящего времени керамика на основе оксида алюминия выпускается

лишь в Германии данная технология такими известными производителями, как фирмы VITA, SIRONA DENTAL, Nobel Biocare. В России наиболее распространена продукция фирмы VITA.

Каркас, выполненный из оксида алюминия представляет собой белую opakовую поверхность. Кроме того, его можно окрасить, имитируя цвет культи зуба, что в сочетании с облицовочной керамикой делает такие конструкции максимально похожими на естественные зубы. По данным литературы относительная прозрачность оксида алюминия в сравнении с диоксидом циркония несколько выше, что существенно сказывается на эстетике при протезировании передней группы зубов. Зачастую коронки, выполненные из диоксида циркония за счет практически полной непрозрачности каркасов выглядят слишком яркими, что делает заметной для окружающих ортопедическую конструкцию в полости рта пациента.

Для изготовления зубных коронок из оксида алюминия используется техника фрезерования (CAD-CAM), обеспечивающая высокую точность.

Оксид алюминия уже несколько десятилетий используется для укрепления стоматологических керамик. Применение пористых каркасов из оксида алюминия, которые потом подлежат стеклоинфильтрационному обжигу (оксидная керамика, инфильтрованная стеклом) или плотно спеченного оксида алюминия (оксидная керамика) для единичных коронок и небольших мостовидных протезов для передней группы зубов приводит к достаточно успешному клиническому прогнозу.

Керамика на основе плотноспеченного оксида алюминия отличается высокой стабильностью. Из-за высокой плотности такой керамики и минимальной пористости, аналогичной керамике из плотноспеченного оксида циркония, фиксация оксидной керамики возможна с применением традиционных цементов (стекло-иономерные цементы).

При использовании оксида алюминия, инфильтрованного стеклом возможна фиксация цельнокерамических реставраций как традиционным цементированием, так и с применением адгезивных технологий.

Среди зарубежных представителей керамики на основе оксида алюминия, инфильтрованной стеклом наиболее распространена керамика Vita In-Ceram Alumina (Vita).

Керамические каркасы In-Ceram Alumina облицовывают фарфором Vita VM7. Керамика на основе оксида алюминия позиционируется достаточно прочной (500 Мпа при изгибе) и жесткой из всех видов оксидной керамики и применяется при изготовлении одиночных коронок, так и мостовидных протезов средней и большой протяженности, вкладок, виниров, абатментов, мерлендских конструкций [62].

По данным Arvind Shenoy с соавт. (2010) In-Ceram Alumina в своем составе содержит кристаллы алюминия с размером гранул 2–5 мкм. По данным завода-изготовителя после инфильтрации лантанным стеклом пористой матрицы Al_2O_3 , конечный продукт содержит в своем составе 75% Al_2O_3 и 25% стеклянной фазы. Модуль эластичности данного материала составляет порядка 280 GPa.

Среди чистой алюмооксидной керамики наиболее распространена Vita In-Ceram Alumina. Данный материал практически на 100% состоит из оксида алюминия, имеет минимальную пористость и механические свойства, схожие со свойствами стеклоинфильтрационной керамики In-Ceram Alumina. Преимуществами такой керамики являются отсутствие этапа инфильтрации стеклом, что упрощает технологию получения каркасов на основе оксида алюминия [170]. При этом, каркасы из такой оксид – алюминиевой керамики, благодаря ее высокой плотности, устойчивы к действию плавиковой кислоты, поэтому не поддаются обычному травлению. Это создает низкую когезионную прочность соединения материала как с облицовочным слоем керамики, так и с фиксирующим цементом. Подобная проблема характерна для любой

плотнospеченной оксидной керамики, в том числе и для диоксида циркония, широко применяемого на сегодняшний день в эстетической стоматологии [199].

В России, около трех лет назад творческим коллективом, куда вошли сотрудники ЗАО «УРАЛИНТЕХ» (г. Екатеринбург), УГМУ и УрФУ была разработана и запатентована технология, по которой керамический материал на основе отечественного оксида алюминия, методом плазменного напыления соединялся в керамические заготовки округлой формы, из которых можно получать блоки для CAD –СAM фрезеровальных центров, а далее использовать для получения зубных протезов.

Материал, изготовленный по такой технологии содержит 100% оксида алюминия с размерами частиц 20-40 мкм и пористостью порядка 10%. Данный материал можно отнести к классу чистой оксидной керамики, однако, пористость керамической матрицы позволяет применять стеклоинфильтрационный отжиг. В этом случае, разработанная нами керамика будет относиться к оксидной керамике со стеклянной фазой.

Так как процесс пропитывания стеклом требует дополнительных технических затрат, в проведенном нами исследовании, мы изучили, насколько возможно применять конструкционный материал на основе оксида алюминия, соединенный в единый блок методом плазменного напыления, без его дальнейшей обработки. Для этого, мы использовали элементы биомеханики зубных рядов [9]. По данным исследования Габера [85], когда изучалась устойчивость пародонта к жевательным нагрузкам, следует, что максимальную вертикальную нагрузку на пародонт испытывают первые моляры, а именно: у мужчин 72 кг, у женщин – 46 кг. Средняя площадь жевательного зуба равна примерно 1 см^2 , т.е. нагрузка на зуб составляет соответственно $72 \text{ кг} / \text{см}^2$ - у мужчин и $46 \text{ кг} / \text{см}^2$ – у женщин, что составляет 7 и 4.5 МПа, соответственно. Из результатов сравнения механических свойств полученной по заявленному способу конструкционной стоматологической керамики на основе оксида алюминия с максимально допустимой нагрузкой на

зуб человека следует, что прочность керамики при нагружении на сжатие, полученной по заявленному способу, составляет порядка 600-800 МПа (6118-8158 кг/см²). Эти значения намного выше максимальной физиологической нагрузки на зуб человека. Данный факт подтверждает что предлагаемый нами способ получения конструкционной стоматологической керамики на основе оксида алюминия [21] позволяет получить материал оптимальной прочности для его применения в стоматологии.

Цельнокерамические стоматологические конструкции замещают эмаль и в некоторых случаях дентин зубов человека. Рассматривая возможность применения той или иной керамики в качестве материала для изготовления несъемных ортопедических конструкций можно сравнивать ее механические свойства со свойствами твердых тканей зубов человека.

Из ранних работ по исследованию механических свойств эмали известно, что она имеет низкую способность к деформации до разрушения (около 1%) при конечной прочности при сжатии (UCS) $\sigma_c = 100-400$ МПа и модуль Юнга $E = 10-80$ ГПа [9]. Широкий разброс механических характеристик, приведенных в литературе, может быть связан тем, что свойства образцов эмали зависят от области коронки зуба, из которой они были вырезаны, или от ориентации эмалевых призм в образце [83, 196, 198]. Другой причиной такого поведения может быть влияние геометрии образца эмали на его механические характеристики. Дентин, составляющий основной объем зуба человека, имеет близкие к эмали механические свойства при нагрузках, которые испытывают зубы при пережевывании. По литературным данным, его деформация до разрушения при сжатии составляет величину порядка ~2%, предел прочности $\sigma_c = 250 - 350$ МПа, модуль Юнга 7-17 ГПа.

В УрФУ под руководством профессор д.ф-м.н. Панфилова П.Е. проведен ряд исследований по определению механических характеристик эмали и дентина человека при одноосном сжатии [194-198]. Была установлена зависимость

прочностных характеристик дентина и эмали от соотношения диагонали сжимаемой поверхности к высоте образца d/h (эффектом формы). Образцы с низким соотношением d/h при испытаниях показывают хрупкое поведение, в то время как образцы с большим отношением d/h показывают высокую эластичность и пластичность. Этот эффект присущ как для тканей зубов человека, так и для керамики. Поэтому, сравнивая свойства материалов разного состава очень важно учитывать геометрические размеры образцов. Нами использовались образцы керамики прямоугольной формы производства ЗАО УРАЛИНТЕХ с отношением $d/h = 4.3$. Прочность на сжатие образцов эмали с аналогичными размерами по данным авторов исследования «Deformation behavior of human enamel and dentin–enamel junction under compression» составила порядка 600 МПа, деформация до разрушения порядка 11%, модуль Юнга 7 ГПа [196].

Согласно исследованию “On some features of the shape effect in human dentin under compression” (2014), при испытаниях на одноосное сжатие образцов дентина с $d/h = 4$ [197] прочность на сжатие составила порядка 540 МПа, деформация до разрушения порядка 27%, модуль Юнга 4.5.

В этом же исследовании Панфилов П.Е. и др. изучили кубические образцы керамики на основе оксида алюминия производства ЗАО «УРАЛИНТЕХ» с различными геометрическими показателями.

Эти данные совпадают с нашими результатами. Образцы керамики на основе оксида алюминия, отожженные при 1200°C , рекомендуемые нами для применения в ортопедической стоматологии имеют следующие прочностные характеристики при одноосном сжатии: предел прочности 540 МПа, деформация до разрушения порядка 8% и модуль Юнга 9.34 ГПа. Эти величины близки с прочностными свойствами как эмали, так и дентина. Таким образом, керамику производства ЗАО «УРАЛИНТЕХ» можно рекомендовать в качестве конструкционного материала для восстановления утраченных тканей зуба.

Согласно заявленным параметрам завода-изготовителя, керамика Vita In-Ceram Alumina и Vita In-Ceram Al имеют лучшие прочностные характеристики.

Заявленные прочность на изгиб до 500 МПа и модуль эластичности 280-380 ГПа этих материалов в сравнении с нашими данными при испытаниях керамики, полученной плазменным напылением, имеют превосходство в 10 раз. Тем не менее, стоит задуматься, настолько ли нужны такие высокие прочностные показатели при замещении дентина и эмали зуба цельнокерамическими конструкциями. При критических нагрузках каркасы из оксида алюминия зарубежных аналогов возможно, останутся целыми. Но, при этом могут пострадать ткани зуба.

Наша керамика, полученная методом плазменного напыления, с точки зрения биомеханики, способна более естественно интегрироваться в связку «зуб-искусственная конструкция», без ущерба для организма.

Более того, заявленная пористость в 10% способствует возможности адгезивной фиксации таких конструкций к тканям зубов человека без применения предварительной обработки поверхности. На сегодняшний день цельнокерамические конструкции в ряде случаев невозможно адгезивно фиксировать именно по причине отсутствия поверхностной пористости материалов. Более того, пескоструйная обработка каркасов из диоксида циркония и оксида алюминия способствует заглавлению поверхности, однако не приносит желаемых результатов.

Требуются дополнительные исследования по решению вопроса с пористостью предложенного отечественного материала, полученного методом плазменного напыления по всей толщине каркасов. Возможно, будет предложена инфильтрация стеклом разработанной керамики. При этом, следует ожидать также увеличения прочности на изгиб материала, что существенно расширит показания к применению конструкций.

В настоящее время, в отличие от керамики Vita In-Ceram Alumina и Vita In-Ceram Al, керамику производства ЗАО «УРАЛИНТЕХ» нельзя рекомендовать для применения в качестве каркасов мостовидных протезов, так как ее прочность на

изгиб составляет порядка 60 МПа. Тем не менее, этого вполне достаточно, чтобы применять разработанную керамику для каркасов одиночных коронок и вкладок.

Согласно ГОСТ 31571-2012 «Керамика стоматологическая» [17], керамический состав ЗАО «УРАЛИНТЕХ» может применяться в ортопедической стоматологии. Требуются дальнейшие испытания и клинические наблюдения с фиксацией конструкций, выполненных из разработанного нами материала, в полости рта пациентов.

Стоматологическую керамику на основе оксида алюминия, полученную по предложенному нами способу можно применять в клинической практике следующим образом. Для изготовления цельнокерамических конструкций может быть использовано, например оборудование CAD/CAM, составленное из продукции фирмы Wieland, Германия. CAD-CAM технологии включают в себя 3 последовательных этапа: сканирование, компьютерное моделирование и фрезерование конструкций.

В зуботехнической лаборатории гипсовую модель сканируют. При этом, сканер преобразует информацию о внешнем виде рабочей модели в компьютерный файл. Далее, с помощью специальной компьютерной программы моделирования, виртуально создается каркас протеза. Программа предлагает конструкцию, а техник может изменять её компьютерной «мышью» примерно так, как на гипсовой модели моделируется восковая композиция электрошпателем. Кроме того, конструкцию всегда можно рассмотреть в любом ракурсе, «снять» с модели, рассмотреть любое сечение и т.д. В результате получается оптимальная конструкция каркаса протеза.

После компьютерного моделирования файл с конструкцией протеза поступает в блок управления фрезерной машиной. Во фрезерном центре закрепляют керамический блок из оксида алюминия диаметром 98.5 мм, высотой 12 мм, изготовленный по заявленному способу, и, под командой блока управления, фрезерный центр в материале воплощает трёхмерную модель каркаса протеза, созданного заранее на компьютере. Готовый керамический каркас протеза

обжигают. При гомогенизационном отжиге 1200°С в течение двух часов керамика частично переходит в α – Al_2O_3 , при этом повышается однородность и прочность конструкции. Значение усадки после обжига керамического материала по заявленному способу, как показали наши исследования, составляет не более 3 – 4%, что незначительно и упрощает получение требуемых размеров и формы каркаса протеза.

В 2014 г. были изготовлены пробные каркасы одиночных коронок. При этом, следует отметить, что блок керамики из оксида алюминия, полученный методом плазменного напыления, поддается фрезерованию. После обжига отфрезерованных каркасов в высокотемпературной печи при температуре 1200°С с экспозицией 2 часа, была отмечена их точная посадка на гипсовых мастер-моделях. Требуются дальнейшие клинические исследования для внедрения технологии зубного протезирования, при которой керамика формируется в блоки при помощи технологии плазменного напыления, предложенной группой авторов на базе ЗАО «УРАЛИНТЕХ», в широкую стоматологическую практику. Однако, исходя из уже проведенных исследований, можно с уверенностью говорить о вероятном успехе разработанной керамики в будущем.

Исследование по изучению острой, хронической токсичности и безопасности в применении керамики на основе оксида алюминия проведены на лабораторных животных на базе ГБОУ ВПО УГМУ МЗ РФ. В качестве материала сравнения использовался зарубежный аналог, состоящий также из оксида алюминия, но полученный методом термопрессования частиц оксида алюминия - Vita In-Ceram Alumina (Германия). По степени выраженности раздражающего действия на кожу и слизистые оболочки оксид алюминия производства ЗАО «УРАЛИНТЕХ» относится к «0» классу веществ по пятибалльной системе по Алексеевой О.Г., Петкевич А.И. [4].

Изучение влияния материала на ориентировочно-исследовательские реакции белых крыс показало отсутствие его токсического действия на организм.

Проведенные морфологические исследования слюнных желез и глубоких слоев кожи животных в местах непосредственного подшивания исследуемого материала крысам линии Vistar на 14 сутки не выявили морфологических изменений исследуемых тканей. Слюнные железы пришли в норму. В железе отсутствовало воспаление. Примерно такую же картину мы выявили при изучении микропрепаратов глубоких слоев кожи.

На ограниченном числе здоровых добровольцев исследования биоэлектромагнитной реактивности с помощью портативного экспертно – диагностического комплекса «Лири-100 bt» показали биологическую индифферентность изученного материала у 100% лиц, принявших участие в клинико – фармакологическом исследовании, что позволяет рекомендовать исследуемый керамический материал на основе оксида алюминия для дальнейшего изучения и применения в клинической практике.

Коронки, изготовленные с применением в качестве каркасного материала разработанного нами оксида алюминия не показали осложнений в клинической практике за период ближайших наблюдений. Требуются дальнейшие клинические исследования.

Проведенные исследования позволили сделать следующие **выводы:**

ВЫВОДЫ

- 1) Нами разработан метод получения нового отечественного нанонаполненного керамического материала на основе оксида алюминия (положительное решение о выдаче Патента РФ), где впервые использована технология плазменного напыления. Новый керамический материал можно отнести к классу чистой оксидной керамики со стеклянной фазой (состав - 100% оксид алюминия, размер частиц 20-40 мкм, пористость 10%).
- 2) Новый отечественный наноструктурированный керамический материал на основе оксида алюминия, полученный методом плазменного напыления (гамма-фаза) для ортопедических несъемных конструкций имеет оптимальную температуру гомогенизационного отжига, равную 12000С, при которой прочностные характеристики при одноосном сжатии: предел прочности 540 МПа, деформация до разрушения порядка 8% и модуль Юнга 9.34ГПа. Эти величины близки с прочностными свойствами как эмали, так и дентина. Данный материал пригоден для изготовления керамических дисков и блоков для фрезерования CAD/CAM методом.
- 3) На лабораторной группе животных доказано отсутствие острой и хронической токсичности керамики на основе оксида алюминия. По степени выраженности раздражающего действия на кожу и слизистые оболочки усовершенствованный материал относится к «0» классу веществ по пятибалльной системе по О.Г. Алексеевой, А.И. Петкевич (1972).
- 4) Оценка совместимости нового наноструктурированного керамического материала на основе оксида алюминия с органами и тканями полости рта с помощью изучения цитоморфологического состояния буккальных эпителиоцитов слизистой оболочки полости рта и изучение изменения индекса биоэлектромагнитной реактивности (БЭМР) у 100% обследуемых показало биологическую индифферентность. Пилотное использование нового керамического наноструктурированного материала в качестве каркасного у 5

добровольцев для одиночных искусственных коронок при оценке качества протезирования искусственными коронками (Ряховский А.Н., Антоник М.М., 2001) показало ближайшие хорошие результаты.

ПРАКТИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

- Для изготовления оксидной каркасной конструкционной керамики на основе оксида алюминия рекомендуется использовать метод плазменного напыления, так как одновременно удастся получить необходимую пористость и прочность.
- Однородность и прочность конструкции цельнокерамического несъемного протеза следует повысить путем гомогенизационного отжига при 1200°C в течение двух часов. При этом керамика переходит в $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$, значение усадки после обжига керамического материала составляет не более 3 – 4%, что оптимизирует получение требуемых размеров и формы каркаса протеза.
- Для CAD – CAM технологии изготовления каркасов зубных протезов оптимальной и экономичной формой является диск для фрезерования, D=98.5 мм, h=12 мм, весом 290 граммов.
- Для изготовления каркасов из нового отечественного наноструктурированного керамического материала на основе оксида алюминия наиболее оптимальными являются системы CAD-CAM открытого типа, например, система Zenotec select (Wieland).

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

АСТ - аспартатаминотрансфераза

АЛТ - аланинаминотрансфераза

Бис – GMA- Bisphenol-A glycidyl dimethacrylate – бисфенол А – глицидил метакрилат

БЭ - буккальные эпителиоциты

БЭМР - биоэлектромагнитная реактивность

ВДИ - воспалительно-деструктивный индекс

Вт – ватт.

ГА - гидроксиапатит

ГПа - гигапаскаль (равна 10^9 паскаль)

КГГ-гель

ЛД50 – полублетальная доза

мкм - микрометр

РФА – рентгенофазовый анализ

СОПР – слизистая оболочка полости рта

СОЭ – скорость осаждения эритроцитов

ЦНС – центральная нервная система

Ув. - увеличение

ЧПУ числовое программное управление

CAD – CAM – Computer Aided Design – компьютерное проектирование;

Computer Aided Manufacturing – компьютерное изготовление.

FGM - функционально градиентный материал

МПа - мегапаскаль

PMMA – полиметилметакрилат

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Анисимова, С.В. Стоматологические материалы на основе диоксида циркония [Текст]/ С.В. Анисимова //Dental Forum. -2008. -№ 4. -С. 39-41.
2. Анисимова, С.В. Разработка модифицированного стоматологического материала на основе диоксида циркония [Текст]/ С. В. Анисимова; Л. И. Подзорова; Шворнева, Л. И.; В. И. Хван; А. И. Лебеденко//Стоматология. -2011. - Т.: 90, № : 5. - С. 10-13.
3. Анисимова, С.В. В помощь студентам, изучающим стоматологическую керамику и ситаллы [Текст]/ С.В. Анисимова//Dental Forum. 2010. - № 4.- С. 68-70.
4. Алексеева, О.Г. К методике определения аллергенных свойств химических веществ[Текст]/ О.Г. Алексеева, А.И. Петкевич// Гигиена и санитария. – 1972. - №3. – С. 64-67.
5. Астапова, Е. С. Основы рентгеноструктурного анализа Спец. практикум по рентгеноструктурному анализу [Текст]/. О.Г. Астапова//Благовещенск: Амурский гос. ун-т, 2006. – 172 с.
6. Баньков, В.И. Низкочастотные импульсные сложно модулированные электромагнитные поля в медицине и биологии [Текст]/ В.И. Баньков, Н.П. Макарова, Э.К. Николаев. Екатеринбург: Изд-во УрГУ, 1992. -100 с.
7. Баньков, В.И. Методическое пособие по применению импульсного сложно модулированного электромагнитного поля для лечения и диагностики [Текст]/В.И.Баньков// Учебное пособие - Екатеринбург: ГБОУ ВПО Уральский государственный медицинский университет Минздрава России, 2013. - 28 с.
8. Береснев, В.М. Исследование трибологических характеристик керамики на основе оксидов алюминия и циркония [Текст]/ В.М. Береснев, М.Ю. Смолякова, А.Д. Погребняк, Каверина А.Ш, Дробышевская А.А., Светличный Е.А., Колесников Д.А. //Изд.: Государственное научное учреждение Институт механики металлополимерных систем им. В.А. Белого НАН Беларуси (Гомель) – 2014. - Том: 35 . -№ 2 . - С. 183-187.

9. Биомеханический анализ зубных имплантатов из сплава титана и диоксида циркония [Текст]/ Няшин Ю.И., Рогожников Г.И., Рогожников А.Г., Никитин В.Н., Асташина Н.Б.//Российский журнал биомеханики. 2012. Т. 16. № 1. С. 102-109.
10. Бочкарева, О.П. Морфофункциональное состояние буккальных эпителиоцитов у больных раком легкого / О.П. Бочкарева, Е.П. Красноженов, В.Е. Гольдберг // Сибирский онкологический журнал.- 2013. - №3(57). - С. 57-60.
11. Бронштейн, Б.А. Экспериментальное исследование биосовместимости безметалловых керамических и металлокерамических протезов в клеточной культуре фибробластов / Д.А. Бронштейн, А.Я. Лернер, В.И. Кононенко [и др.] // Российский стоматологический журнал. -2014. -№ 2. -С. 9-10.
12. Быховский, Л.З. Цирконий России: состояние, перспективы освоения и развития минерально-сырьевой базы / Л.З. Быховский, Л.Б. Зубков, Е.Д. Осокин // Минеральное сырье.- Москва: ВИМС, 1998. — С.83-86.
13. Бюкинг, В. Сколы керамики / В. Бюкинг // Квинтэссенция. – 2007. – № 3. – С.171-173.
14. Возможности клинического использования конструкций на основе диоксида циркония и оценка основных свойств нового керамического материала стоматологического назначения / Г.И. Рогожников, А.Г. Рогожников, В.Б. Кульметьева [и др.] // Уральский медицинский журнал. -2012.- № 8 (100).- С. 63-65.
15. Газотермическое напыление: учебное пособие / под общей ред. Л.Х. Болдаева .- Москва: Маркет, 2007.- Ч.1.- С.11 -12.
16. Гогоци, Г.А. Испытания керамики на трещиностойкость EF-методом / Г.А. Гогоци // Неорганические материалы.- 2006.- Т. 42(5).- С. 628-633.
17. ГОСТ 31571 – 2012: Керамика стоматологическая. Технические требования. Методы испытаний.- Введ. впервые// (ISO 6872:1995, NEQ) Издание официальное: Москва Стандартиформ. – 2013.- 20с.

18. ГОСТ 28818-90: Материалы шлифовальные из электрокорунда. Технические условия. Межгосударственный стандарт.- Введ. 1990-12-27.-Москва: Изд-о стандартов, 2005. -7с. Мир, 2000. - 416 с.
19. ГОСТ 28985-91 [Электронный ресурс].- Режим доступа: URL: <http://vsegost.com/Catalog/10/10548.shtml>.
20. Граменицкий, Е.Н. Экспериментальная и техническая петрология / Е.Н. Граменицкий, А.Р. Котельников.- Москва: Научный мир, 2000.-416с.
21. Деформация и разрушение человеческого дентина/ Д.В.Зайцев, С.С.Григорьев, О.В.Антонова [др.] //Деформация и разрушение материалов. – 2011.-Т. 6.- С. 37-44.
22. Дисперсность керамических материалов для облицовки каркасов зубных протезов из оксида циркония / О.А.Ланина, А.И.Лебеденко,Т.Э. Глебова [и др.] // Российская стоматология. - 2008. - Т.1, №1. - С. 73-75.
23. Дубова, Л.В. Иммуномодулирующее действие стоматологических материалов : автореф. дис. ...д-ра мед. наук: 14.01.14/ Л.В. Дубова.- Москва, МГМСУ, 2010.- 46с.
24. Жолудев, С.Е. Клиника, диагностика, лечение и профилактика явлений непереносимости акриловых зубных протезов : автореф. дис. ... д-ра. мед. наук: 14.00.21/ С.Е. Жолудев. -Екатеринбург, 1998. - 40 с.
25. Жулев, Е.Н. Влияние керамических протезов на состояние десневой жидкости / Е.Н. Жулев, Д.Н. Яковлев, Д.Н. Демин // Современные методы диагностики, лечения и профилактики стоматологических заболеваний. Эстетика и функция в стоматологии.- Санкт-Петербург, 2010. - С. 56-59.
26. Жулев, Е.Н. Влияние керамических протезов на состояние краевого пародонта /Е.Н. Жулев, Д.Н. Яковлев, Д.Н. Демин //Современные методы диагностики, лечения и профилактики стоматологических заболеваний. Эстетика и функция в стоматологии. - Санкт-Петербург, 2010. - С. 54-56.

27. Жулев, Е.Н. Использование компьютерных технологий при ортопедическом лечении больных с потерей передних зубов / Е.Н. Жулев, А.В. Якунина // Стоматология. - 2010. - № 2. - С.59-61.
28. Жулев, Е.Н. Исследование физико-механических свойств керамики на основе оксида алюминия методом микроиндентирования / Е.Н. Жулев, Д.Н. Яковлев // Медицинский альманах. - 2010. - №4(13). - С. 294-297.
29. Жулев Е.Н. Керамические протезы / Е.Н. Жулев, Д.Н. Яковлева // Обозрение стоматология. - 2011. - №2. - С.36-39.
30. Жулев, Е.Н. Способ восстановления керамического покрытия искусственных коронок / Е.Н. Жулев, Д.Н. Яковлев // Российский стоматологический журнал. - 2010. - №6. - С. 36-37
31. Жулев, Е.Н. Технологии изготовления различных керамических систем / Е.Н. Жулев, Д.Н. Яковлев // Обозрение стоматологии. - 2010. - №3(71). - С. 14-16.
32. Зайцев, Д.В. Прочностные свойства дентина и эмали / Д.В. Зайцев, Е.В. Бузова, П.Е. Панфилов // Вестник ТГУ. - 2010. - Т. 15, Вып. 3. - С. 1198-1202.
33. Заявка 2014106484 Российская Федерация. Способ получения конструкционной стоматологической изобретение керамики на основе оксида алюминия / А.В. Ермаков, А.А. Бочегов, И.В. Вандышева, Д.С. Жолудев, С.Е. Жолудев, С.С. Григорьев. - Заявл. 20.02.2014;
34. Ибрагимов, Т.И. Влияние дополнительной абразивной и температурной обработки на свойства стоматологической керамики на основе метастабильного тетрагонального диоксида циркония / Т.И. Ибрагимов, Н.А. Цаликова, М.Г. Гришкина // Dental Forum. 2012. № 5. С. 59.
35. Ибрагимов, Т.И. Наноциркон - новый нанокерамический материал для CAD/CAM систем / Т.И. Ибрагимов, Н.А. Цаликова // Стоматология. - 2009. - № 1-2. - С. 12.
36. Исследование прочности диоксида циркония и стекловолокна / В.Хван, М.Деев, И. Лебеденко [и др.] // Cathedra. - 2009. - № 30-31. - С. 60-62.

37. Кайнарский , И.С. Корундовые огнеупоры и керамика / И.С. Кайнарский, Э.В.Дегтярёва, И.Г.Орлова.- Москва: Metallургия, 1981. – 176с.
38. Каральник, Д.М. Методика сравнительной оценки пломбировочных материалов, применяемых в стоматологической практике: методич. рекомендации / Д.М. Каральник, А.Н. Балашов. - М., 1978. – 12 с.
39. Клинико-теоретические аспекты использования материалов на основе титана и циркония в стоматологии / Г.И. Рогожников, Н.Б. Асташина, В.А. Четвертных и др. - М.: Медицинская книга, 2011. - 166 с.
40. Коледа, П.А. Экспериментально-клиническое обоснование ортопедического лечения дефектов депульпированных моляров керамическими реставрациями авторской конструкции: автореф. дисс. ... канд. мед. наук:14.00.21 / П.А. Коледа. - Екатеринбург, 2007. – 18с.
41. Красный, Б.Л. Свойства пористой проницаемой керамики на основе монофракционных порошков корунда и нанодисперсного связующего / Б.Л. Красный, В.П. Тарасовский // Стекло и керамика. – 2009. – №6. – С. 18–21.
42. Кущенко, В.И. Результаты цитологического исследования процесса заживления постэкстаркционных ран у больных с язвенной болезнью желудка и 12-перстной кишки в условиях применения лечебно-профилактических повязок / В.И.Кущенко // Таврический медико-биологический вестник. - Симферополь, 2014.- Т. 17, №1(65). - С. 77-80.
43. Ларионов, Л.П. Хронофармакологические закономерности и особенности действия некоторых психотропных средств на организм животного и человека. дис. ... д-ра мед. наук/ Л.П.Ларионов .- Тюмень, 1985. – 582 с.
44. Ман , Д.Э. Адгезивная фиксация керамических вкладок / Д.Э.Ман // Медицинский алфавит. Стоматология. -2010.-№ 4. –С.31-33.
45. Маренкова, М.Л. Особенности протетического лечения у пациентов с частичной и полной адентией при дисбалансе микробной флоры полости рта: дис. ... канд. мед. наук:14.00.21/ М.Л.Маренкова.- Екатеринбург,2007. -26с.

46. Методы статистической обработки результатов исследований особенностей разрушения металлокерамических конструкций в полости рта / О.Г.Полянская, Т.В.Моторкина, Д.В.Ильин[и др.] // Молодой ученый.- 2015. -№ 3 (83). -С. 290-292.
47. Механика деформируемого твердого тела. Механика разрушения // Матвиенко Ю.Г. Модели и критерии механики разрушения.- Москва : Физматлит, 2006. – 328с.
48. Механический анализ штифтовой конструкции с ионно-плазменным напылением / А.Г. Рогожников, В.Ю. Кирюхин, Г.И. Рогожников [и др.] // Российский журнал биомеханики. -2006.- Т. 10, № 2.- С. 64-79.
49. Миллер, К. Ползучесть и разрушение / К.Миллер. – М. : Metallurgiya, 1986. – 119 с.
50. Михеева, А.А. Изучение прочности соединения реставрационных материалов для починки стоматологической керамики / А.А. Михеева, Г.В. Большаков // Казанский медицинский журнал.- 2014. -Т. 95, № 1.- С. 22-25.
51. Надаи, А. Пластичность и разрушение твердых тел / А.Надаи . – М. : Иностранная литература, 1954. – 647 с.
52. Нарисова, И. Прочность полимерных материалов / И.Нарисова. – М. : Химия, 1987. – 400 с.
53. Николаева, Е. А. Основы механики разрушения: учебное пособие / Е.А. Николаева.- Пермь: Изд-во Пермского гос. техн. ун-та, 2010. — 103 с.
54. Новиков Е.Ю. Результаты применения цельнокерамических ортопедических конструкций из оксида циркония для восстановления зубов с глубокими поддесневыми дефектами / Е.Ю.Новиков // Клиническая стоматология.- 2008. -№ 1. -С. 68-75.
55. Нотт, Дж. Основы механики разрушения / Дж.Нотт. – М. : Metallurgiya, 1978. – 256 с.

56. Оксидная керамика нового поколения и области ее применения / Е. С.Лукин, Н. А. Макаров, А. И. Козлов[и др.] // Стекло и керамика. – 2008. – №10. – С. 27–31.
57. Олешко, В.П. Методы индивидуального подбора и изучения влияния на организм пациентов конструкционных стоматологических материалов: автореф. дис. ... канд. мед. наук / В.П. Олешко. -Екатеринбург, 2000.- 26с.
58. Опыт применения диоксида циркония в стоматологии / И.Ю. Лебеденко, В.И. Хван, М.С. Деев [и др.] // Российский стоматологический журнал. - 2008. - №5. - С. 60-65.
59. Ортопедическое лечение пациентов при клиновидных дефектах твердых тканей премоляров и моляров / Г.И.Рогожников, И.Г.Неменатов , А.Г.Рогожников [и др.] // Проблемы стоматологии. -2010. -№ 3. -С. 24-27.
60. Ортопедическое лечение пациентов с дефектами верхней челюсти с применением биологически инертных материалов и новых технологий /Н.Б. Асташина, Г.И. Рогожников, А.Г. Рогожников [и др.] // Проблемы стоматологии. - 2011-. № 3.- С. 40-44.
61. Основы клинической фармакологии и рациональной фармакотерапии / под ред. Ю.Б. Белоусова, М.В. Леонова.- Москва: Литтерра,2002.- 356с.
62. Оценка прочности сцепления керамической облицовки с каркасом из оксида циркония / И.Ю. Лебеденко, О.А. Ланина, Ю.Б. Макарычев [и др.]// Материалы XXI и XXII Всероссийских научно-практических конференций. - Москва, 2009. - С. 492-493.
63. Паршин, Ю.В. Абразивное действие стоматологической керамики (обзор литературы) / Ю.В. Паршин, О.Н. Сапронова// Институт стоматологии. -2013. -№ 2 (59).- С. 78-79.
64. Пат. 2146504 / МПК 6 А 61 С 13/00, А 61 Б 5/04. Способ диагностики патологического влияния материала зубных протезов на состояние полости рта / В.П. Олешко, СЕ. Жолудев, В.И. Баньков.- заяв. 01.06.99; опубл. 01.06.1999г., Бюл. №17.

65. Пестриков, В. М. Механика разрушения. Курс лекций / В.М.Пестриков, Е.М.Морозов.- СПб.: ЦОП Профессия, 2012. — 552 с.
66. Применение современных конструкционных материалов при комплексном лечении больных с дефектами челюстно-лицевой области / В.Н.Анциферов, Г.И.Рогожников, Ф.И.Кислых [и др.] // Перспективные материалы. -2009.- № 3.- С. 46-51.
67. Разработка состава грунтового слоя каркасов цельнокерамических зубных протезов на основе алюмооксидной керамики ВК 95 / В.И.Верещагин, С.И. Старосветский, О.А.Проскурдина [и др.] // Материаловедение. -2014.-№ 7. -С. 47-50.
68. Рогожников, А.Г. Экспериментально-клиническое обоснование ортопедического лечения пациентов с дефектами коронок зубов штифтово-культевыми конструкциями из сплава циркония с ионно-плазменным напылением: автореф. дис. ... канд. мед.наук : 14.00.21 / А. Г. Рогожников. – Пермь, 2008. – 22с.
69. Руководство по экспериментальному (доклиническому) изучению новых фармакологических веществ / под ред. чл.-корр. РАМН Р.У. Хабриева.- Москва: Медицина, 2005. – 832 с.
70. Ряховский, А.Н. Система оценки и критерии качества протезирования искусственными коронками. Часть 1/ А.Н. Ряховский, М.М. Антоник// Панорама ортопедической стоматологии. 2001. - № 4. - С. 2 - 7.
71. Ряховский, А.Н. Система оценки и критерии качества протезирования искусственными коронками. Часть 2/ А.Н. Ряховский, М.М. Антоник// Панорама ортопедической стоматологии. 2002. - № 1. - С. 2 - 7.
72. Руле, Ж.-Ф. Адгезивные технологии в эстетической стоматологии / Ж.-Ф. Руле, Г. Ванхерле : пер. с англ. – М. : МЕДпресс-информ, 2010. – 200 с.
73. Сравнение износостойкости керамических блоков для системы Cerec, современных композитных реставрационных материалов и тканей зуба человека / А. Б. Перегудов, М. А. Мурашов, В. Л. Якушин [и др.] // Российский стоматологический журнал. - 2009. - N3. - С. 19-21.

74. Стоматологическое материаловедение: учебник / Э.С. Каливраджиян, Е.А. Брагин, С.И. Абакаров [и др.].- Москва: Медицинское информационное агенство, 2014 -320с.
75. Страус, Ш.Е. Медицина, основанная на доказательствах / Ш.Е.Страус. – Москва: ГЭОТАР, 2010.-320с.
76. Терапевтическая стоматология: национальное руководство / под ред. Л. А. Дмитриевой, Ю. М. Максимовского. - Москва : ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 912 с. : ил.
77. Тигранян, Х.Р. Клинико-цитологическая характеристика слизистой оболочки протезного ложа под базисами съемных протезов из полиметилметакрилата и нейлона: автореф. дис.... канд. мед.наук: 14.00.21/ Х.З. Тигранян .-Москва, 2008, - 24с.
78. Упругие свойства и микроструктура наноструктурированных материалов на основе диоксида циркония для цельнокерамических зубных протезов / И.В.Лебедеико, В.М.Левин, С.В.Анисимова [и др.] // Dental Forum. -2013.- № 1.- С. 19-21.
79. Федорова, Н.С. Определение понятия «здоровье» в рамках исследования качества жизни пациентов стоматологического профиля / Н.С. Федорова, Р.А. Салеев // Вестник современной клинической медицины.- 2014.- Т. 7, № 4.- С. 58-61.
80. Федорова, Н.С. Физико-механические характеристики кобальтохромового сплава, покрытого биоуглеродным карбиносодержащим покрытием / Н.С.Федорова, В.В.Трубин, Р.А.Салеев // Здоровье и образование в XXI веке- 2008. - Т. 10, № 4. –С.191-192.
81. Хабас, Т.А. Керамические и стеклокристаллические материалы для стоматологии / Т.А.Хабас, Е.А.Кулинич // Успехи современного естествознания.- 2007. -№ 11.- С. 57-58.
82. Хван, В.И. Диоксид циркония и стекловолокно - перспективные материалы в стоматологии с точки зрения прочности / В.И.Хван, И.Ю.Лебедеико// Труды

Четвертой Всероссийской научно-практической конференции с международным участием «Здоровье - основа человеческого потенциала: проблемы и пути их решения». - Санкт-Петербург, 2009. - С. 414-145.

83. Хоникомб, Р. Пластическая деформация металлов / Р. Хоникомб. – М. : Мир, 1972. – 408 с.

84. Цаликова, Н.А. Исследование влияния поверхностной абразивной обработки и температурного воздействия на свойства стоматологической керамики на основе мета-стабильного тетрагонального диоксида циркония / Н.А.Цаликова //Российский стоматологический журнал.- 2013.- № 3. -С. 18-21.

85. Цаликова, Н.А. Клиническая оценка цельнокерамических реставраций, изготовленных с помощью CAD/CAM систем / Н.А.Цаликова, С.Д.Атаева , Т.А.Егорова // Dental Forum.- 2012. -№ 5. -С. 134.

86. Цитологический мониторинг эпителиальной ткани пародонта в оценке эффективности бальнеотерапии у пациентов с дефектами челюстей / В.А.Четвертных, Г.И.Рогожников, Н.Б.Асташина[и др.] // Проблемы стоматологии. -2011.- № 2. -С. 37-40.

87. Черепанов, Г. П. Механика хрупкого разрушения / Г.П.Черепанов. – Москва : Наука, 1974. –640 с.

88. Чуйко, А.Н. Биомеханика в стоматологии: монография / А.Н.Чуйко, И.А. Шинчуковский . – Харьков: Изд-во «Форт», 2010. –152 с.

89. Шатров, И.М. Оптимизация моделирования окклюзионной поверхности зубного ряда при протезировании цельно-керамическими реставрациями / И.М.Шатров, С.Е.Жолудев // Проблемы стоматологии. -2013.- № 1. -С. 47-50.

90. Ямада, К. Отличительные свойства керамических каркасов из диоксида циркония и способ их облицовки керамикой CZR Серабьен Норитакэ с воспроизведением индивидуальных особенностей окраски зубов пациента / К. Ямада // Современная ортопедическая стоматология. - 2007. - N 8. - С. 50-60.

91. Aboushelib M.N., de Jager N., Kleverlaan C.J., Feilzer A.J. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: Zirconia veneering ceramics// *Dent. Mater.*- 2006;22 . – P.857-863.
92. Aboushelib M.N. Influence of crystal structure on debonding failure of zirconia veneered restorations , [Text] / M.N. Aboushelib, H. // *Wang Dent Mater.* 2013/ - Jul;29(7). – P. 97-102.
93. Anderson M.R. An in vitro study of the effect of different restorative materials on the reliability of a veneering porcelain, [Text] / M.R. Anderson, K.H. Chung, B.D. Flinn, A.J. Raigrodski // *J. Prosthet Dent.*- 2013.- Dec;110(6). –P. 521-528.
94. Ansong R. Fracture toughness of heat-pressed and layered ceramics, [Text] / R. Ansong, B. Flinn, K.H. Chung, L. Mancl, M. Ishibe, A.J. Raigrodski // *J. Prosthet. Dent.* -2013- Apr;109(4). – P. 234-240.
95. Apholt W., Bindl A., Löuthy H., Mörmann W.H. Flexural strength of Cerec 2 machined and jointed In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia bars// *Dent. Mater.* - 2001 –vol. – 17. – P. 260—267.
96. Asgar K. Casting metals in dentistry: past-present-future// *Adv. Dent. Res.* – 1998. – vol. 2(1). – P. 33-43.
97. Barizon K.T. Ceramic materials for porcelain veneers. Part I: Correlation between translucency parameters and contrast ratio, [Text] / K.T. Barizon, C. Bergeron, M.A. Vargas, F. Qian, D.S. Cobb, D.G. Gratton, S. Geraldeli. // *J Prosthet Dent.* 2013 Nov;110(5). – P. 397-401.
98. Batista PS. Characterization of the mechanical and biological properties of a new alumina scaffold, [Text] / PS Batista, MA Rodrigues, DM Silva, PI Morgado, JP Henriques, MO Almeida, AP Silva, IJ Correia // *J. Appl. Biomater. Funct. Mater.* 2013 Jun 24;11(1). - P.18-25.
99. Borba M. Processing and characterization of alumina/LAS bioceramics for dental applications/ Borba M, Araújo M D, Fukushima K A, Yoshimura H N, Cesar P F, Griggs J A and Della Bona A // *Dent. Mater.*- 2011. – vol. 27. –P. 710.

100. Brochu J.F., El-Mowafy O. Longevity and clinical performance of IPS-Empress ceramic restorations—a literature review// J. Can. Dent. Assoc.- 2002. – vol. -68(4). – P. 233-237.
101. Carvalho A.O. Fatigue resistance of CAD/CAM complete crowns with a simplified cementation process, [Text] / A.O. Carvalho, G. Bruzi, M. Giannini, P. Magne// J. Prosthet. Dent.- 2014- Apr;111(4). – P. 310-317.
102. Chen C. Nanosilica coating for bonding improvements to zirconia, [Text] / C. Chen, G. Chen, H. Xie, W. Dai, F. Zhang // Int. J. Nanomedicine.- 2013.-N 8. –P. 4053-4062.
103. Cheung G.C. Effect of surface treatments of zirconia ceramics on the bond strength to resin cement., [Text] / G.C. Cheung, M.G. Botelho, J.P. Matinlinna // J. Adhes. Dent. -2014.- Feb. -N16(1). –P.49-56.
104. Christensen R.P. , Eriksson K.A, Ploeger B. J. Clinical performance of PFM, zirconia, and alumina three-unit posterior prostheses [abstract]. http://iadr.confex.com/iadr/2008Toronto/techprogram/abstract_105962.htm// Accessed June 6, 2010.
105. Coldea A. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials, [Text] / A. Coldea, M.V. Swain, N. Thiel //Dent Mater.- 2013.- Apr; N. 29(4). P. 419-426.
106. Coşkun Akar G. Effects of surface-finishing protocols on the roughness, color change, and translucency of different ceramic systems, [Text] / G. Coşkun Akar, G. Pekkan, E. Cal, G. Eskitaşçıoğlu, M. Ozcan // J. Prosthet. Dent.- 2014.- Aug;112(2).-P. 314-321.
107. Characterization of the mechanical and biological properties of a new alumina scaffold [Text]/ S. P. Patrícia Batista, A. A. Rodrigues Miguel, M.R. Silva Daniela, I.C. Morgado Patrícia, P. Henriques Joaquim Maria O Almeida, Abílio P Silva, Ilídio J Correia//J. Appl. Biomater. Funct. Mater.- 2013. –vol- 24. -N1. –P.18-25.
108. Della Bona A, Mecholsky JJ Jr, Anusavice KJ. Fracture behavior of Lithia disilicate and leucite based ceramics// Dent. Mater. – 2004. - vol. 20(10). – P. 956-962.

109. Della Bona, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations// J. Am. Dent. Assoc. - 2008; vol. - 139(suppl). - P. 8-13.
110. Dhima M. Practice-based clinical evaluation of ceramic single crowns after at least five years [Text] / M. Dhima, V. Paulusova, A.B. Carr, K.L. Rieck, C. Lohse, T.J. Salinas//J. Prosthet. Dent.- 2014.-N111(2). – P. 124-130.
111. Diegoa A. A. Characterization of Ceramic Powders Used in the In Ceram Systems to Fixed Dental Prosthesis, [Text] / A. A. Diegoa, Cl. dos Santosa, K. T. Landimb, C. N. Elias, 2007. – 110p.
112. Dong J., Löuthy H., Wohlwend A., Schärer P. Heat-pressed ceramics: technology and Strength// Int. J. Prosthodont. - 1992. – vol. 5. – P. 9—16.
113. Evans AG. Perspective on the development of high-toughness ceramics// J. Am. Ceram. Soc.- 1990.- vol. -73. – P.187—206.
114. Eliezer D., Hertzberg R. W. Deformation and Fracture Mechanics// Engineering Materials. - 1981, – 255p.
115. Fasbinder D.J. Clinical performance of chairside CAD/CAM restorations// J. Am. Dent. Assoc. - 2006. - vol. - 137(suppl). – P. 22-31.
116. Fonseca RG. Effect of surface and heat treatments on the biaxial flexural strength and phase transformation of a Y-TZP ceramic, [Text] / R.G. Fonseca, Fde O Abi-Rached, da F.S. Silva, B.A. Henriques, L.A. Pinelli // J. Adhes. Dent.- 2014.- vol. 16(5). – P. 451-458.
117. Galiatsatos A.A. Clinical evaluation of anterior all-ceramic resin-bonded fixed dental prostheses, [Text] / A.A. Galiatsatos, D.Bergou // Quintessence Int.- 2014.- Jan;45(1).-P. 9-14.
118. Geramipanah F. Effect of artificial saliva and pH on shear bond strength of resin cements to zirconia-based ceramic, [Text] / F. Geramipanah, M. Majidpour, L. Sadighpour, M.J. Fard. // Eur. J. Prosthodont. Restor. Dent.- 2013.- Mar;21(1). – P. 5-8.
119. Ghuman T., Beck P., Ramp L.C. Wear of enamel antagonist to ceramic surfaces// J. Dent. Res. – 2010. - vol. – 89. – P. 1394.

120. Giordano R. A Comparison of all-ceramic systems// J. Mass. Dent. Soc. - 2002; vol. - 50(4). - P:16-20.
121. Giordano Russel. Ceramics Overview: Classification by Microstructure and Processing Methods, [Text] /Russel Giordano, Edward A. McLaren// Compendium, November/December 2010 - P. 120-123.
122. Giordano Russel. Zirconia: Material Background and Clinical Application, [Text] / Russell Giordano, Carlos Eduardo Sabrosa // Published by AEGIS Communications. – 2010. – Vol. 31,- Issue 9.
123. González-Carrasco JL. Evaluation of mechanical properties and biological response of an alumina-forming Ni-free ferritic alloy [Text]. / J.L. González-Carrasco, G. Ciapetti , M.A. Montealegre, S. Pagani , J. Chao, N. Baldini// J. Biomaterials.-2005. - Jun; vol. -26 (18). – P. 3861-3871.
124. Guess P.C. Prospective clinical study of press-ceramic overlap and full veneer restorations: 7-year results, [Text] / P.C. Guess, C.F. Selz, A. Voulgarakis, S. Stampf, C.F. Stappert//Int. J. Prosthodont.- 2014.- Jul-Aug; vol. 27(4). – P. 355-358.
125. Guazzato M., Albakry M., Ringer S.P., Swain M.V. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics //Dent. Mater. 2004. - Vol.20, N5. -P.449-456.
126. Harryparsad A. The effects of hydrochloric acid on all-ceramic restorative materials: an in-vitro study, [Text] / A.Harryparsad, H. Dullabh, L.Sykes, D.Herbst //SADJ. 2014 Apr;69(3):106-11.
127. Hegenbarth E.A. Procera aluminum oxide ceramics: a new way to achieve stability, precision, and esthetics in all-ceramic restorations// Quintessence Dent. Technol. -1996. –vol. -20. - P:21-34.
128. Hertzberg Richard W. Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials 4th Edition Book Description // John. Wiley & Sons Inc, 1995. – P. 786.
129. Heymann H.O., Bayne S.C., Sturdevant J.R., et al. The clinical performance of CAD-CAM-generated ceramic inlays: a four-year study// J. Am. Dent. Assoc.- 1996.- vol. -127(8). – P. 1171-1181.

130. Holand W., Schweiger M., Frank M., Rheinberger V. A comparison of the microstructure and properties of the IPS empress 2 and the IPS EMPRESS Glass Ceramics// *J. Biomed. Mat Res.* – 2000. - vol. - 53(4). – P. 297-303.
131. Hudson J., Harrison J. *Engineering rock mechanics.* – London : Elsevier science, -2000– P. 245
132. Hübsch C. Protection of yttria-stabilized zirconia for dental applications by oxidic PVD coating, [Text] / Hübsch C, Dellinger P, Maier HJ, Stemme F, Bruns M, Stiesch M, Borchers L.// *Acta Biomater.* -2015 Jan vol. 1;11. – P. 488-493.
133. Ivoclar Vivadent. IPS e.max Lithium Disilicate: The Future of All-Ceramic Dentistry—Material Science, Practical Applications, Keys to Success. Amherst, NY: Ivoclar Vivadent; 2009:1-15.-See more at: <http://www.dentalaegis.com/cced/2010/12/lithium-disilicate-the-restorative-material-of-multiple-options#sthash.AhhETfIC.dpuf>
134. Kasim Abu N.H. 3D-FE Analysis of functionally graded structured dental posts[Text]/ N. H. Abu Kasim, A. A. Madfa, M. Hamdi, and G. R. Rahbari // *Dental Materials Journal.* -2011. - vol. 30, no. 6, P. 869–880.
135. Kelly JR. Dental ceramics: current thinking and trends// *Dent. Clin. North. Am.*-2004. – vol. 48(2). – P. 513-530.
136. Kern M. Bonding to oxide ceramics-Laboratory testing versus clinical outcome, [Text] / M. Kern // *Dent. Mater.* -2014.- Jul. – vol. 21.- S. 109-156.
137. Kirmali O. Shear bond strength of veneering ceramic to zirconia core after different surface treatments, [Text]/ O. Kirmali, H. Akin, A.K. Ozdemir// *Photomed Laser Surg.* 2013 Jun;31(6):261-268.
138. Kitayama Shuzo. Internal coating of zirconia restoration with silica-based ceramic improves bonding of resin cement to dental zirconia ceramic, [Text] / Toru Nikaido, Masaomi Ikeda, Sadr Alireza, Hiroyuki Miura and Junji Tagam// *Bio-Medical Materials and Engineering.* -2010. – vol. 20. – P. 77–87
139. Kramer N., Frankenberger M., Pelka M., Petschelt A. IPS Empress inlays and onlays after four years—a clinical study// *J. Dent.* - 1999- vol. 27. - P:325—331.

140. Kraemer N, Frankenberger R. Clinical performance of bonded leucite-reinforced glass ceramic inlays and onlays after 8 years// Dent. Mater.- 2005- vol. - 21(3). - P:262-271.
141. Kunzelmann K.H. All-Ceramics at a Glance 1st English Edition, [Text]/ K.H. Kunzelmann, M. Kern, P. Pospiech, A.J. Raigrodski, H. E. Strassler, A. Mehl, R. Frankenberger, B. Reiss, K. Wiedhahn// A.G. Ceram. - 2007. – P.73 – 78.
142. Lawson N.C. Dental ceramics: a current review, [Text] / N.C.Lawson, J.O.Burgess // Compend. Contin. Educ. Dent.- 2014.- Mar;35(3). – P. 161-166.
143. Layton D.M. A systematic review and meta-analysis of the survival of non-feldspathic porcelain veneers over 5 and 10 years, [Text] / D.M. Layton, M. Clarke // Int. J. Prosthodont.- 2013.- Mar-Apr;26(2). – P. 111-124.
144. Lakshmanan, A. Sintering of Ceramics - New Emerging Techniques/ A. Lakshmanan, R. Narasimha Raghavan // Published online 02, March, 2012:<http://www.intechopen.com/books/sintering-of-ceramics-new-emerging-techniques/ceramics-in-dentistry>
145. McLaren Edward A., White S.N. Glass- Infiltrated Zirconia/Alumina Based Ceramic for Crowns and Flexed Partial Dentures: Clinical and Laboratory Guidelines// Quintessence Dental Technic. – 2000. – P. 63-76.
146. Marquardt P., Strub J.R. Survival rates of IPS Empress 2 all-ceramic crowns and fixed partial dentures: results of a 5-year prospective clinical study// Quintessence Int. - 2006. – vol. - 37(4) - P:253-259.
147. McLaren EA, Giordano RA, Pober R, et al. Material testing and layering techniques of a new two phase all glass veneering porcelain for bonded porcelain and high alumina frameworks //Quintessence Dent. Technol. – 2003. – vol. – 26. - P:69-81.
148. McLaren Edward A. Ceramics in Dentistry – Part I: Classes of materials, [Text] / Edward A. McLaren, Phong Tran Cao // Inside Dentistry, October 2009. - Vol. 5. - Issue 9.- P. 94-103.

149. McLaren E.A. Ceramics overview: Classification by microstructure and processing methods, [Text] /Edward A. McLaren, Russell Giordano// *Cosmetic Dentistry J.*, 2014. - Vol. 1. –P. 26-34.
150. Merlanie Pailleux. Study on the toxicity of inhaled alumina nanoparticles: impact of physicochemical properties and adsorption artifacts on the measurement of biological responses, [Text] / Merlanie Pailleux, Jerrermie Pourchez, Delphine Boudard, Philippe Grosseau, Miche`le Cottier. // *International Conference on Safe Production and Use of Nanomaterial's, Nano safe.* – 2011. - P. 66-67.
151. Miyazaki T. Current status of zirconia restoration, [Text] / T. Miyazaki, T. Nakamura, H. Matsumura, S. Ban, T. Kobayashi // *J. Prosthodont. Res.*- 2013.- Oct;57(4). – P. 236-261.
152. Morlock M.M. Wear of a composite ceramic head caused by liner fracture, [Text] / M.M. Morlock , F. Witt, N. Bishop, R. Behn, P. Dalla Pria, R. Barrow, I. Dymond // *Orthopedics.*- 2014.- Jul;37(7). – P. 653-656.
153. Nguyen J.F. High-temperature-pressure polymerized resin-infiltrated ceramic networks, [Text] / J.F. Nguyen, D. Ruse, A.C. Phan, M.J.Sadoun // *J. Dent. Res.*- 2014.- Jan;93(1). –P. 62-67.
154. Oilo M Simulation of clinical fractures for three different all-ceramic crowns, [Text]/ M. Oilo, K. Kvam, N.R. Gjerdet // *Eur. J. Oral. Sci.*- 2014.- P. 245-250.
155. Otto T. CEREC restorations. CEREC inlays and onlays: the clinical results and experiences after 6 years of use in private practice // *Schweiz. Monatsschr. Zahnmed.* - 1995. – vol. - 105(8). - P:1038-1046.
156. Otto T. CEREC restorations. CEREC inlays and onlays: the clinical results and experiences after 6 years of use in private practice // *Schweiz Monatsschr. Zahnmed.* - 1995; Bd-105(8). - S:1038-1046.
157. Pandey A.K. In vitro evaluation of osteoconductivity and cellular response of zirconia and alumina based ceramics, [Text] / A.K. Pandey, F. Pati, D. Mandal, S. Dhara, K. Biswas // *Mater. Sci. Eng. C. Mater. Biol.*- 2013.- Oct;33(7). – P. 3923-3930.

158. Papia E. Bonding between oxide ceramics and adhesive cement systems: a systematic review, [Text] / E. Papia, C. Larsson, M. du Toit, P. Vult von Steyern // *J. Biomed. Mater. Res. B. Appl. Biomater.* - 2014.- Feb;102(2). – P. 395-413.
159. Patrícia S Characterization of the mechanical and biological properties of a new alumina scaffold, [Text]/Patrícia S, P Batista, Miguel A, A Rodrigues, Daniela M, R Silva, Patrícia I, C Morgado, Joaquim P Henriques, Maria O Almeida, Abílio P Silva, Ilídio J Correia // *J Appl Biomater Funct Mater* 2013 24;11(1):e18-25. Epub 2013 Jun 24.
160. Piwowarczyk A, Ottl P, Lauer HC, et al. A clinical report and overview of scientific studies and clinical procedures conducted on the 3M ESPE Lava All-Ceramic System// *J. Prosthodontics.* - 2005. – vol. - 14(1). – P. 39-45.
161. Proebster L. Survival rate of In-Ceram restorations// *Int. J. Prosthodont.* – 1993. – vol. - 6(3). – P. 259-263.
162. Raigrodski A.J., Chiche G.J., Potiket N. The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: A prospective clinical pilot study// *J. Prosthet. Dent.* – 2006- vol. - 96(4). - P:237-244.
163. Reiss B., Walther W. Clinical long-term results and 10-year Kaplan-Meier analysis of Cerec restorations// *Int. J. Comput. Dent.*- 2000 . - vol3(1), - P. 9-23.
164. Rogojan R. Preliminary Biocompatibility and Bioactivity Properties of Alumina-Zirconia- Hydroxyapatite Composite/ R. Rogojan, E. Andronesku, M.C. Munteanu, M. Radu, F.G. Gaina, R. Trusca// *Asian J. Exp. Biol. SCI.* -2012. – vol. 3(2)- P. 303-310.
165. Sailer I., Fehér A., Filser F. et al. Prospective clinical study of zirconia posterior fixed partial dentures: 3-year follow-up//*Quintessence.* – 2006. – vol.37. – P.685-693.
166. Sailer I., Fehér A., Filser F. et al. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures// *Int. J Prosthodont.*- 2007. –vol. 20.- P.383-388.
167. Saker S. Clinical survival of anterior metal-ceramic and all-ceramic cantilever resin-bonded fixed dental prostheses over a period of 60 months [Text] / S. Saker, A. El-

- Fallal, M. Abo-Madina, M. Ghazy, M. Ozcan // *Int. J. Prosthodont.* -2014.- vol. Sep-Oct;27(5). –P. 422-424.
168. Salameh Z. Influence of ceramic color and translucency on shade match of CAD/CAM porcelain veneers, [Text]/ Z. Salameh, G. Tehini, N. Ziadeh, H.A. Ragab, A. Berberi, M.N. Aboushelib // *Int. J. Esthet. Dent.* -2014.- vol. Spring;9(1). –P. 90-97.
169. Samodurova A. The combined effect of alumina and silica co-doping on the ageing resistance of 3Y-TZP bioceramics, [Text]/ A. Samodurova, A. Kocjan, M.V. Swain, T. Kosmač // *Acta Biomater.*- 2015.- Jan 1;11. – P. 477-487.
170. Scotti R, Catapano S, D’Elia A. A clinical evaluation of In-Ceram crowns// *Int. J. Prosthodont.* -1995. – vol. -8(4). - P:320-323.
171. Sedda M. Flexural resistance of Cerec CAD/CAM system ceramic blocks. Part 2: Outsourcing materials, [Text] / M. Sedda, A. Vichi, F. Del Siena, C. Louca, M. Ferrari // *Am. J. Dent.* -2014.- Feb;27(1). – P. 17-22.
172. Seung Hyun Lee. Properties of Alumina Coated with Hydroxyapatite Nano-Sol, [Text] / Seung Hyun Lee, Myeong Hun Bae, Nam Lyon Kang, Su Chak Ryu // *Nanoscience and Nanoengineering* 2(2): 36-43, 2014 <http://www.hrpub.org> DOI: [10.13189/nn.2014.020202](http://dx.doi.org/10.13189/nn.2014.020202).
173. Shenoy A. Dental ceramics: An update / Arvind Shenoy and Nina Shenoy // *J. Conserv. Dent.* -2010 Oct-Dec. – vol. 13. –N 4. –P. 195–203.
174. Song J.Y. Fracture strength and microstructure of Y-TZP zirconia after different surface treatments, [Text] / J.Y. Song, S.W. Park, K. Lee, K.D. Yun, H.P. Lim. // *J. Prosthet. Dent.* – 2013.- vol. - Oct;110(4). –P. 274-280.
175. Srikanth R. Effects of cementation surface modifications on fracture resistance of zirconia, [Text] / R. Srikanth, T. Kosmac, A. Della Bona, L. Yin, Y. Zhang // *Dent. Mater.* -2015.- Feb 13. pii: S0109-5641(15)00029-9.
176. Tamim H. Clinical evaluation of CAD/CAM metal-ceramic posterior crowns fabricated from intraoral digital impressions, [Text] / H. Tamim, H. Skjerven, A.Ekfeldt, H.J. Rønold // *Int J Prosthodont.* 2014 Jul-Aug;27(4):331-7. doi: 10.11607/ijp.3607.

177. Tanaka S. A 3-year follow-up of ceria-stabilized zirconia/alumina nanocomposite (Ce-TZP/A) frameworks for fixed dental prostheses, [Text] / S. Tanaka , M. Takaba , Y. Ishiura , E. Kamimura , K. Baba //J. Prosthodont. Res. -2014.- Dec 22. – P. 188-195.
178. Tan S.C., Chai J., Wozniak W.T. , Takahashi Y. Flexural strength of a glass-infiltrated alumina dental ceramic incorporated with silicon carbide whiskers// Int. J. Prosthodont. - 2001. – vol 14. - P:350—354.
179. Thompson J.Y., Anusavice K.J., Balasubramaniam B., Mecholsky J.J. Effect of microcracking on the fracture toughness and fracture surface fractal dimension of lithia-based glass—ceramics //J. Am. Ceram. Soc. 1999. – vol. – 78. – P. 3045—3049.
180. Tysowsky G. The science behind lithium disilicate: today's surprisingly versatile, esthetic and durable metal-free alternative//Oral. Health. J.- 2009. –N. 3- P.93-97.
181. Uludag B. Addition of a pontic to all-ceramic Turkom-Cera fixed partial denture restorations, [Text] / B. Uludag, E. Tokar, S. Polat // Eur. J. Dent. -2013- vol. 7. –N. 2. – P.233-238.
182. Vanderlei A.D. Improved adhesion of Y-TZP ceramics: a novel approach for surface modification, [Text]/A.D. Vanderlei, J.R. Queiroz, M.A. Bottino, L.F. Valandro // Gen. Dent. -2014- vol. 62. -N1. – P. 22-27.
183. Van Noort R. Introduction to Dental Materials//Elsevier Mosby. - 2013.- Part 3.4. Dental ceramics- P.191-197.
184. Van Noort R. Introduction to Dental Materials//Elsevier Mosby. - 2013. - Part 3.6. All-ceramic restorations: high-strength core ceramics- P.205-209.
185. Van Noort R. Introduction to Dental Materials//Elsevier Mosby. - 2013. - Part 3.7. All-ceramic restorations: resin-bonded ceramics. - P 210-237.
186. Vavříčková L. Evaluation of the three-year experience with all-ceramic crowns with polycrystalline ceramic cores, [Text] / L. Vavříčková, T. Dostálová, J. Charvát, M. Bartoňová // Prague Med Rep.- 2013. – vol. 114. – N. 1. – P. 22-34.
187. Vichi A. Flexural resistance of Cerec CAD/CAM system ceramic blocks. Part 1: Chairside materials, [Text] / A. Vichi, M. Sedda, F. Del Siena, C. Louca, M. Ferrari // Am J Dent. 2013 Oct;26(5):255-9.

188. Vieira A.C. Evaluation of the surface roughness in dental ceramics submitted to different finishing and polishing methods, [Text]/ A.C. Vieira, M.C. Oliveira, E.M. Lima, I. Rambob, M. Leite // J. Indian. Prosthodont. Soc.- 2013.- vol. -13. - N3. –P. 290-295.
189. 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.-vol. 32. –P. 180-187.
190. Wagner W.C., Chu T.M. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics// J. Prosthet. Dent.- 1996. – vol. - 76(2) - P:140-144.
191. Wagner J, Hiller KA, Schmalz G. Long-term clinical performance and longevity of gold alloy vs ceramic partial crowns// Clin. Oral. Investig. – 2003. - vol. 7(2). - P:80-85.
192. Weyhrauch M. Retentive strength of monolithic all-ceramic crowns on implant abutments , [Text] / M. Weyhrauch, C. Igiel, S. Wentaschek, A.M. Pabst, H. Scheller, G. Weibrich, K.M.Lehmann // Int. J. Comput. Dent.-2014.-vol. -17. -N2. – P. 135-144.
193. Wiley John. Progress in Thermal Barrier Coatings, [Text]. John Wiley and Sons// American Ceramic Society (29 May 2009). - P. 139.
194. Zesewitz T.F. Fracture resistance of a selection of full-contour all-ceramic crowns: an in vitro study, [Text] / T.F. Zesewitz, A.W. Knauber, F.P. Northdurft // Int. J. Prosthodontics. -2014.- vol. – 27. –N 3. –P. 264-266.
195. Zaytsev D. Deformation behavior of root dentin under Sjogren’s syndrome [Text]/ D. Zaytsev, S. Grigoriev, P. Panfilov // Materials Letters -2011.- vol. 65, P. 2435-2438;
196. Zaytsev Dmitry On the deformation behavior of human dentin under compression and bending, [Text]/ Dmitry Zaytsev, Alexander Ivashov, Julia Mandra , Peter Panfilov // Materials Science and Engineering. – 2014. –C.14. –P. 83–90.
197. Zaytsev Dmitry. On some features of the shape effect in human dentin under compression, [Text] / Dmitry Zaytsev, Peter Panfilov // Materials Science and Engineering-2014. –C. 45. –P. 205–209.

198. Zaytsev Dmitry. Deformation behavior of human enamel and dentin–enamel junction under compression, [Text] / Dmitry Zaytsev, Peter Panfilov // *Materials Science and Engineering* . – 2014. - C. 34.-P. 15–21.
199. Zhu W. Nondestructive inspection of phase transformation in zirconia-containing hip joints by confocal Raman spectroscopy, [Text] / W. Zhu, N. Sugano, G. Pezzotti // *J. Biomed. Opt.*- 2013- vol.18. –N. 12:127002.

Приложение № 1.

ИНФОРМИРОВАННОЕ СОГЛАСИЕ НА УЧАСТИЕ В ИССЛЕДОВАНИИ

Настоящим я даю согласие на участие в испытании безопасности нового керамического материала на основе оксида алюминия проводимом по просьбе очного аспиранта кафедры пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний ГБОУ ВПО Уральский государственный медицинский университет МЗ РФ **Жолудева Дениса Сергеевича**.

Я был (а) осведомлен (а) о следующем: новый керамический материал полностью состоит из оксида алюминия Al_2O_3 (99,9%), не содержит вредных и опасных для здоровья и организма человека примесей и отличается от обычного алюминия Al_2O_3 лишь способом его получения, а именно плазменным напылением.

Мне известно, что данный керамический материал все еще является экспериментальным.

Мне также известны цели данного исследования – определение безопасности для организма человека образцов оксида алюминия, полученных методом плазменного напыления. Я осведомлен (а) о тестах, которые будут произведены с целью определения безопасности керамики на основе оксида алюминия Al_2O_3 , полученной методом плазменного напыления, а также о возможных рисках.

Мною в письменном виде была получена вышеназванная информация и ответы на все мои вопросы. Я даю согласие на просмотр моей медицинской карты сотрудниками ГБОУ ВПО Уральский государственный медицинский университет МЗ РФ, задействованными в исследовании, при условии сохранения ими профессиональной конфиденциальности. Мною были получены гарантии того, что я имею право прекратить участие в испытании и получать при этом соответствующее лечение. Я даю согласие на то, чтобы данные обо мне были занесены в компьютерный файл, обеспечивающий гарантию защиты лицами, определенными законодательством. Я имею право обращаться к этим данным и при необходимости исправлять их через выбранного мною врача.

Ф.И.О. пациента

Дата

Подпись

Форма № 01 ПЗ-2011

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
(РОСПАТЕНТ)**

Бережковская наб., 30, корп. 1, Москва, Г-59, ГСП-5, 123995. Телефон (8-499) 240-60-15. Факс (8-495) 531-63-18

На № _____ от _____
Наш № 2014106484/14(010254)

*При пересылке просим ссылаться на номер заявки и
сообщить дату получения настоящей корреспонденции
от 23.01.2015*

РЕШЕНИЕ
о выдаче патента на изобретение

(21) Заявка № 2014106484/14(010254)

(22) Дата подачи заявки 20.02.2014

В результате экспертизы заявки на изобретение по существу установлено, что

заявленное изобретение

заявленная группа изобретений

относится к объектам патентных прав и соответствует условиям патентоспособности, предусмотренным Гражданским кодексом Российской Федерации, в связи с чем принято решение о выдаче патента на изобретение.

Заключение по результатам экспертизы прилагается.

Приложение: на 5 л. в 1 экз.

Врио руководителя

Кирий Л.Л.



Приложение №2

Приложение к форме № 01 ПЗ-2011
10

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ЭКСПЕРТИЗЫ

(21) Заявка № 2014106484/14(010254) (22) Дата подачи заявки 20.02.2014
(24) Дата начала отсчета срока действия патента 20.02.2014

ПРИОРИТЕТ УСТАНОВЛЕН ПО ДАТЕ

(22) подачи заявки 20.02.2014

(72) Автор(ы) Ермаков А.В., Бочегов А.А., Вандышева И.В., Жолудев Д.С., Жолудев С.Е., Григорьев С.С., RU

(73) Патентообладатель(и) Закрытое Акционерное Общество "Уральские инновационные технологии", RU

(54) Название изобретения Способ получения конструкционной стоматологической керамики на основе оксида алюминия

(см. на обороте)

01	1	144401
----	---	--------

ВНИМАНИЕ! С целью исключения ошибок просьба проверить сведения, приведенные в заключении, т.к. они без изменения будут внесены в Государственный реестр изобретений Российской Федерации, и незамедлительно сообщить об обнаруженных ошибках.



ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
 ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
**БАШКИРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
 МЕДИЦИНСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ**
 МИНИСТЕРСТВА ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
 (ГБОУ ВПО БГМУ Минздрава России)
 450000, г. Уфа, ул. Ленина, 3 тел. (347) 272-41-73, факс 272-37-51
[http:// www.bashgmu.ru](http://www.bashgmu.ru)
 E-mail: rectorat@bashgmu.ru
 ОКПО01963597 ОГРН 1020202561136
 ИНН 0274023088 КПП 027401001

Утверждаю

Проректор по учебной работе

ГБОУ ВПО БГМУ Минздрава РФ

А.А. Цыглин

26.03.2015 № 1486-57

№ _____ от _____



2015 г.

АКТ ВНЕДРЕНИЯ

в учебный процесс кафедры ортопедической стоматологии
 Государственного бюджетного образовательного учреждения высшего
 профессионального образования Башкирский государственный медицинский
 университет
 Министерства здравоохранения Российской Федерации
 результатов диссертационной работы Жолудева Д.С.
 «Клинико-Экспериментальное обоснование применения
 наноструктурированного керамического материала на основе оксида алюминия
 для несъемных зубных протезов»

Мы, нижеподписавшиеся, комиссия в составе: председателя – заведующей кафедрой ортопедической стоматологии, д.м.н., профессора Ф.Ф.Маннановой и членов: доцентов кафедры ортопедической стоматологии, к.м.н. М.В. Галиуллиной и к.м.н. И.Р. Исхакова удостоверяем, что результаты диссертационной работы Жолудева Д.С. «Клинико-Экспериментальное обоснование применения наноструктурированного керамического материала на основе оксида алюминия для несъемных зубных протезов» используются в учебном процессе кафедры ортопедической стоматологии при проведении практических занятий и чтении лекций интернам, ординаторам, врачам-стоматологам.

Председатель:
 зав. кафедрой ортопедической
 стоматологии, д.м.н., профессор



Ф.Ф. Маннанова
 Ф.Ф. Маннанова

Члены:
 к.м.н., доцент

М.В. Галиуллина
 М.В. Галиуллина

к.м.н., доцент

И.Р. Исхаков
 И.Р. Исхаков

И.Р. Исхаков

Приложение № 5.

ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ПЕРМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ МЕДИЦИНСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ АКАДЕМИКА Е.А. ВАГНЕРА»
МИНИСТЕРСТВА ЗДРАВООХРАНЕНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
(ГБОУ ВПО ПГМУ им. академика Е.А. Вагнера
Минздрава России)
ИНН 5902290120/КПП 590201001
ОГРН 1025900528873
ОКПО 01963404 ОКАТО 57401000000
614990 г. Пермь, ул. Петропавловская, 26
Тел. (342) 217-10-31, факс (342) 217-10-30
Телефон для справок: (342) 212-04-04
E-mail: rector@psma.ru

«УТВЕРЖДАЮ»

Начальник управления

по непрерывному медицинскому образованию

ГБОУ ВПО ПГМУ им. академика Е.А. Вагнера

Минздрава России,

доктор медицинских наук, профессор

М.Ф. Заривчакский

2015 года



№ _____
На № 8/н от 20.01.2015

АКТ ВНЕДРЕНИЯ

**в учебный процесс кафедры терапевтической стоматологии и пропедевтики
стоматологических заболеваний ГБОУ ВПО ПГМУ им. академика Е.А.Вагнера Минздрава
России результатов диссертации Жолудева Д.С. на тему: «Клинико-экспериментальное
обоснование применения наноструктурированного керамического материала на основе
оксида алюминия для несъемных зубных протезов»**

Мы, нижеподписавшиеся, комиссия в составе: председателя – зав. кафедрой терапевтической стоматологии и пропедевтики стоматологических заболеваний профессора, д.м.н. Гилевой О.С. и членов: доцента кафедры терапевтической стоматологии и пропедевтики стоматологических заболеваний, к.м.н. Яшиной Ж.С. и доцента кафедры терапевтической стоматологии и пропедевтики стоматологических заболеваний, к.м.н. Либик Т.В. удостоверяем, что предложенный метод получения нового нанонаполненного керамического материала на основе оксида алюминия с помощью плазменного напыления, разработанный Жолудевым Денисом Сергеевичем, включен в планы практических занятий и семинаров для студентов, интернов, ординаторов кафедры терапевтической стоматологии и пропедевтики стоматологических заболеваний ГБОУ ВПО ПГМУ им. академика Е.А.Вагнера Минздрава России с 15.01.2015г.

Сущность предложенного метода получения нового керамического материала на основе оксида алюминия заключается в том, что используется плазменное напыление для получения блоков для CAD-CAM технологий. Такой способ позволяет повысить механические свойства и создать пористость, необходимую для адгезионной фиксации зубного протеза из него.

Ответственный за внедрение в учебный процесс в курс стоматологического материаловедения информации о новом способе получения блоков для CAD-CAM технологий доцент, к.м.н. Яшина Ж.С.

Председатель:
д.м.н., профессор

Гилева О.С.

Члены комиссии:
к.м.н., доцент



Яшина Ж.С.

к.м.н., доцент

Либик Т.В.



МИНЗДРАВ РОССИИ
государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального
образования «Южно-Уральский
государственный медицинский университет»
Министерства здравоохранения
Российской Федерации
(ГБОУ ВПО ЮУГМУ Минздрава России)

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по научной, инновационной и
международной работе

Л. Ф. Телешева

« 11 » _____ 20 г.



АКТ
О внедрении в учебный процесс
результатов диссертационной работы

Жолудева Дениса Сергеевича по теме: «Клинико-экспериментальное обоснование применения наноструктурированного керамического материала на основе оксида алюминия для несъемных зубных протезов» в практику кафедры ортопедической стоматологии и ортодонтии ГБОУ ВПО ЮУГМУ Минздрава России.

Мы, нижеподписавшиеся, комиссия в составе председателя, проректора по учебной, внеучебной и воспитательной работе, профессора Волчегорского И.А., заведующего кафедрой профессора Филимоновой О. И., зав. по учебной работе кафедры доцента Нуриевой Н. С. удостоверяем, что результаты диссертационной работы Жолудева Дениса Сергеевича внедрены в педагогическую практику кафедры ортопедической стоматологии и ортодонтии с «11» марта 2015 г. (Протокол № 3 от 11.03.2015 г.)

В процессе выполнения диссертации «Экспериментально - клиническое обоснование применения нового отечественного керамического состава на основе оксида алюминия для несъемных зубных протезов» установлено, что сущность предложенного метода использования материала на основе оксида алюминия, полученного методом плазменного напыления заключается в том, что одновременно удается достигнуть двух важных параметров – наличия пористости материала, позволяющей надежно фиксировать конструкцию зубных протезов к тканям зубов и одновременно достаточно высокие механические показатели. Включение данного метода в алгоритм лечения больных с дефектами твердых тканей, повышенной стираемостью зубов позволит повысить эффективность лечения дефектов твердых тканей зубов, а также повысить эффективность изучения студентами, ординаторами и врачами таких разделов зубного протезирования, как протезирование дефектов зубов.

Приложение № 6.

По результатам диссертационного исследования опубликовано 12 работ, в том числе в рецензируемых изданиях ВАК 6.

Проректор по учебной, внеучебной
и воспитательной работе, профессор

Волчегорский И.А.

Заведующий кафедрой ортопедической
стоматологии и ортодонтии,
профессор

Филимонова О. И.

Заведующий учебной работой кафедры
ортопедической стоматологии и ортодонтии,
доцент

Нуриева Н. С.



Приложение № 7.



Государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Уральский государственный медицинский университет Министерства здравоохранения Российской Федерации» (ГБОУ ВПО УГМУ Минздрава России) 620028, г. Екатеринбург, ул. Репина, 3 Тел. (343) 371-34-90, факс 371-64-00, E-mail: usma@usma.ru

от _____ № _____

«Утверждаю»
Ректор ГОУ ВПО УГМУ
профессор, д.м.н.
Кутедов С.М.



«15» января 2015 г.

АКТ

внедрения в учебный процесс кафедры пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний УГМУ результатов диссертации Жолудева Д.С. на тему: «Клинико – экспериментальное обоснование применения наноструктурированного керамического материала на основе оксида алюминия для несъемных зубных протезов»

Мы, нижеподписавшиеся, комиссия в составе председателя - проректора по учебной работе профессора, д.м.н. Давыдовой Н.С. и членов - зав. кафедрой пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний, д.м.н. Мандра Ю.В., зав. учебной частью кафедры пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний, доцента, к.м.н. Жегалиной Н.М. . удостоверяем, что предложенный метод изготовления керамического материала на основе диоксида алюминия с помощью плазменного напыления, обоснованный к применению в практике ортопедической стоматологии, включен в планы практических занятий и семинаров для студентов, интернов кафедры пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний УГМУ с 09.01.2015 г.

Сущность предложенного метода использования материала на основе оксида алюминия, полученного методом плазменного напыления заключается в том, что одновременно удастся достигнуть двух важных параметров – наличия пористости материала, позволяющей надежно фиксировать конструкцию зубных протезов к тканям зубов и одновременно достаточно высокие механические показатели.. Включение данного метода в алгоритм лечения больных с дефектами твердых тканей, повышенной стираемостью зубов позволяет повысить эффективность лечения дефектов твердых тканей зубов, позволяет повысить эффективность изучения студентами, интернами таких разделов материаловедения, как «Керамические материалы, применяемые в зубном протезировании».

Ответственный за внедрение данной информации о новом конструкционном материале, его свойствах и вариантов использования в практике доцент к.м.н. Жегалина Н.М.

Проректор по учебной работе УГМУ
профессор, д.м.н.

Зав. кафедрой пропедевтики и физиотерапии

стоматологических заболеваний УГМУ доцент, д.м.н.

Зав. учебной частью кафедры пропедевтики и физиотерапии

стоматологических заболеваний УГМУ доцент, к.м.н.

«Подписи Давыдовой Н.С., Мандра Ю.В., Жегалиной Н.М. заверяю»

Начальник УК УГМУ

Давыдова Н.С.

Мандра Ю.В.

Жегалина Н.М.

Петренко В.Д.



Приложение № 8.



Государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Уральский государственный
медицинский университет»
Министерства здравоохранения России»
(ГБОУ ВПО УГМУ Минздрава РФ)

620028, г. Екатеринбург, ул. Ренна, 3
Тел. (343) 371-34-90, факс 371-64-00,
E-mail: usma@usma.ru

от 8/4 № 09.01.2015

«Утверждаю»
Ректор ГОУ ВПО УГМУ
профессор, д.м.н.
Кутепов С.М.



АКТ

внедрения в учебный процесс кафедры ортопедической стоматологии УГМУ результатов диссертации Жолудева Д.С. на тему: «Клинико – экспериментальное обоснование применения наноструктурированного керамического материала на основе оксида алюминия для несъемных зубных протезов»

Мы, нижеподписавшиеся, комиссия в составе председателя - проректора по учебной работе профессора, д.м.н. Давыдовой Н.С. и членов - зав. учебной частью кафедры ортопедической стоматологии доцента, к.м.н. Карасевой В.В. и доцента по лечебной работе кафедры ортопедической стоматологии к.м.н., доцента Стрижакова В.Н. удостоверяем, что предложенный метод изготовления керамического материала на основе диоксида алюминия с помощью плазменного напыления, обоснованный к применению в практике ортопедической стоматологии, включен в планы практических занятий и семинаров для студентов, ординаторов и слушателей ФУВ кафедры ортопедической стоматологии УГМУ с 09.01.2015 г.

Сущность предложенного метода использования материала на основе оксида алюминия, полученного методом плазменного напыления заключается в том, что одновременно удастся достигнуть двух важных параметров – наличия пористости материала, позволяющей надежно фиксировать конструкцию зубных протезов к тканям зубов и одновременно достаточно высокие механические показатели. Включение данного метода в алгоритм лечения больных с дефектами твердых тканей, повышенной стираемостью зубов позволит повысить эффективность лечения дефектов твердых тканей зубов, а также повысить эффективность изучения студентами, ординаторами и врачами таких разделов зубного протезирования, как протезирование дефектов зубов.

Ответственный за внедрение данной информации о новом конструкционном материале, его свойствах и вариантов использования в практике доцент к.м.н. Карасева В.В.

Проректор по учебной работе УГМУ
профессор, д.м.н.

Зав. учебной частью кафедры ортопедической
стоматологии УГМУ, доцент, к.м.н.

Доцент по лечебной работе кафедры
ортопедической стоматологии УГМУ
доцент, к.м.н.

Подписи Давыдовой Н.С., Карасевой В.В., Стрижакова В.А. заверено.
Начальник УК УГМУ

Давыдова Н.С.

Карасева В.В.

Стрижаков В.А.

Петренюк В.Д.



Приложение № 9.

ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ПЕРМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ МЕДИЦИНСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ АКАДЕМИКА Е.А. ВАГНЕРА»
МИНИСТЕРСТВА ЗДРАВООХРАНЕНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
(ГБОУ ВПО ПГМУ им. академика Е.А. Вагнера
Минздрава России)
ИНН 5902290120/КПП 590201001
ОГРН 1025900528873
ОКПО 01963404 ОКТМО 57701000
614990 г. Пермь, ул. Петропавловская, 26
Тел. (342) 217-10-31, факс (342) 217-10-30
Телефон для справок: (342) 212-04-04
E-mail: rector@psma.ru

04.03.2015 № 1444
На № _____ от _____

«Утверждаю»
Ректор ГБОУ ВПО ПГМУ
им. академика Е.А. Вагнера
Минздрава России
профессор, д.м.н.
Корюкина И.П.


«04» 03 2015 г.


АКТ


**внедрения в учебный процесс кафедры ортопедической стоматологии ПГМУ
им. академика Е.А. Вагнера результатов диссертации Жолудева Д.С. на тему:
«Клинико – экспериментальное обоснование применения наноструктурированного
керамического материала на основе оксида алюминия для несъемных зубных протезов»**

Мы, нижеподписавшиеся, комиссия в составе председателя – начальника управления по непрерывному медицинскому образованию, профессора, д.м.н. Заривчацкого М.Ф. и членов - зав. кафедрой ортопедической стоматологии Заслуженного деятеля науки РФ профессора, д.м.н. Рогожникова Г.И., доцента кафедры ортопедической стоматологии, д.м.н. Асташиной Н.Б. удостоверяем, что предложенный новый метод получения с помощью плазменного напыления нанонаполненного керамического состава на основе оксида алюминия для несъемных зубных протезов в виде блоков включен в планы практических занятий и семинаров для студентов, интернов, ординаторов кафедры ортопедической стоматологии ПГМУ им. академика Е.А. Вагнера с 15.01.2015 г. Сущность предложенного метода получения блоков для CAD –CAM технологий состоит в том, что такой материал существенно отличается от аналогичных материалов, полученных методом спекания окислов, позволяет получить керамический материал достаточной плотности и физико – механических свойств при наличии пористости, что позволяет использовать его в несъемных конструкциях, в различных участках зубного ряда. Введение новых данных в образовательную программу повышает эффективность изучения разделов клинического материаловедения и протезирования поражений твердых тканей зубов и дефектами зубных рядов студентами, интернами, ординаторами. Ответственный за внедрение информации, а в последующем и метода лечения дефектов твердых тканей зубов и дефектов зубных рядов с помощью нового конструкционного нанонаполненного керамического состава на основе оксида алюминия доцент, д.м.н. Н.Б. Асташина

Начальник управления
по непрерывному медицинскому образованию ПГМУ
им. академика Е.А. Вагнера профессор, д.м.н.  Заривчацкий М.Ф.

Зав. кафедрой ортопедической стоматологии
ПГМУ им. академика Е.А. Вагнера профессор, д.м.н.  Рогожников Г.И.

Доцент кафедры ортопедической стоматологии
ПГМУ им. академика Е.А. Вагнера, д.м.н.  Асташина Н.Б.

Подписи Заривчацкого М.Ф., Рогожникова Г.И., Асташиной Н.Б. заверяю.
Начальник управления по персоналу, безопасности
и делопроизводству - начальник отдела кадров ПГМУ
им. академика Е.А. Вагнера  Укладов С.А.