

POMORSKI UNIWERSYTET MEDYCZNY W SZCZECINIE



lek. dent. Wojciech Frąckiewicz

**Analiza porównawcza właściwości użytkowych
ceramiki dentystycznej z tlenku cyrkonu wytwarzanej
przyrostowo i za pomocą frezowania**

Rozprawa doktorska w dziedzinie nauk medycznych i nauk o zdrowiu

Dyscyplina nauki medyczne

Promotor: *prof. dr hab. n. med. Ewa Sobolewska*

Promotor pomocniczy: *dr inż. Marcin Królikowski*

Szczecin 2024

*Pragnę serdecznie podziękować Mojej Promotor,
Pani prof. dr hab. Ewie Sobolewskiej
oraz Promotorowi Pomocniczemu,
Panu dr inż. Marcinowi Królikowskiemu
za poświęcony czas i wsparcie merytoryczne
podczas pisania rozprawy doktorskiej.*

*Dziękuję mojej Rodzinie za wiarę
we mnie i nieustające wsparcie.*

Spis treści

Wykaz skrótów.....	6
Wykaz publikacji, na których oparta jest rozprawa doktorska.....	8
Wykaz tabel.....	9
Wykaz rycin.....	10
1. Wstęp.....	12
1.1. Rys historyczny.....	12
1.2. Uzupełnienia w leczeniu protetycznym.....	14
1.3. Dwutlenek cyrkonu w protetyce stomatologicznej.....	15
1.4. Technologia wytwarzania przyrostowego (AM) / druku 3D z użyciem tlenku cyrkonu.....	16
1.5. Biokompatybilność tlenku cyrkonu.....	18
2. Cel pracy.....	20
3. Materiał i metody.....	21
3.1. Metodyka przeglądu systematycznego i metaanalizy dotyczących parametrów mechanicznych tlenku cyrkonu w technologii druku 3D względem frezowanego.....	21
3.1.1. Strategia wyszukiwania.....	21
3.1.2. Kryteria kwalifikacji badań do przeglądu systematycznego.....	23
3.1.3. Ekstrakcja danych.....	23
3.1.4. Ocena jakości badań.....	24
3.1.5. Metodyka metaanalizy.....	24
3.2. Wytworzenie próbek tlenku cyrkonu do badań.....	25
3.2.1. Projekt próbek.....	26
3.2.2. Wykonanie próbek w technologii addytywnej.....	26
3.2.3. Wykonanie próbek w technologii frezowania.....	28
3.3. Metody pomiaru właściwości mechanicznych tlenku cyrkonu.....	30
3.3.1. Ocena wytrzymałości na zginanie materiałów.....	30
3.3.2. Ocena wytrzymałości na ściskanie materiałów.....	31

3.3.3. Ocena gęstości materiałów.....	32
3.3.4. Ocena twardości materiałów.....	33
3.4. Metody pomiaru właściwości powierzchniowych tlenku cyrkonu.....	35
3.4.1. Ocena chropowatości materiałów.....	35
3.4.2. Ocena wizualna propagacji pęknięć.....	38
3.5. Metody pomiaru intensywności wytwarzania biofilmu przez drobnoustroje jamy ustnej na powierzchni tlenku cyrkonu.....	39
3.5.1. Metoda jakościowa.....	41
3.5.2. Metoda ilościowa.....	42
4. Wyniki badań.....	43
4.1. Wyniki przeglądu systematycznego z metaanalizą.....	43
4.1.1. Wyniki wyszukiwania.....	43
4.1.2. Ryzyko stronniczości.....	43
4.1.3. Metaanaliza.....	69
4.2. Wyniki badań mechanicznych tlenku cyrkonu.....	76
4.2.1. Analiza wyników wytrzymałości na zginanie materiałów.....	76
4.2.2. Analiza wyników wytrzymałości na ściskanie materiałów.....	77
4.2.3. Analiza wyników gęstości materiałów.....	77
4.2.4. Analiza wyników twardości materiałów.....	77
4.3. Wyniki badań powierzchniowych tlenku cyrkonu.....	78
4.3.1. Analiza wyników chropowatości materiałów.....	78
4.3.2. Analiza wyników wizualnej propagacji pęknięć.....	82
4.4. Wyniki badań intensywności wytwarzania biofilmu przez drobnoustroje jamy ustnej na powierzchni tlenku cyrkonu.....	83
4.4.1. Analiza wyników metody jakościowej.....	83
4.4.2. Analiza wyników metody ilościowej.....	84
5. Dyskusja.....	87
5.1. Dyskusja dotycząca przeglądu systematycznego i metaanalizy.....	87
5.1.1. Wytrzymałość na zginanie tlenku cyrkonu drukowanego 3D.....	87

5.1.2. Mikrotwardość tlenku cyrkonu drukowanego 3D.....	88
5.1.3. Ograniczenia przeglądu.....	89
5.2. Dyskusja dotycząca badań wytrzymałościowych i powierzchniowych.....	91
5.3. Dyskusja dotycząca badań mikrobiologicznych.....	93
5.4. Przyszłość tlenku cyrkonu drukowanego w 3D w stomatologii.....	95
6. Wnioski.....	96
7. Streszczenie.....	98
8. Abstract.....	102
9. Piśmiennictwo.....	106
10. Załączniki.....	117
a. Publikacja I.....	117
b. Publikacja II.....	117
c. Publikacja III.....	117
d. Oświadczenia współautorów.....	117

Wykaz skrótów

2D - 2 dimensional (dwuwymiarowy)

3D - 3 dimensional (trójwymiarowy)

3Y-TZP (Y-TZP) - 3 mol% yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal (tetragonalny polikryształ tlenku cyrkonu stabilizowany itrem o zawartości 3% molowych)

4Y/5Y/6Y-PSZ - 4 mol% yttria-partially stabilized zirconia (tlenku cyrkonu częściowo stabilizowany itrem o zawartości 4/5/6% molowych)

AM - additive manufacturing (wytwarzanie addytywne)

ATCC - American Type Culture Collection (Kolekcja Kultur Typu Amerykańskiego)

BFS - biaxial flexural strength (dwuosiowa wytrzymałość na zginanie)

CAD/CAD - computer-aided design / computer-aided manufacturing (projektowanie wspomagane komputerowo / wytwarzanie wspomagane komputerowo)

CFU - colony-forming unit (jednostka tworząca kolonię)

CI - confidence interval (przedział ufności)

CNC - computerized numerical control (układ sterowania numerycznego)

DLP - digital light processing (cyfrowe przetwarzanie światłem)

FDM - fused deposition modeling (modelowanie osadzaniem topionym)

FS - flexural strength (wytrzymałość na zginanie)

ISO - International Organization for Standardization (Międzynarodowa Organizacja Normalizacyjna)

LCM - lithography-based ceramic manufacturing (produkcja ceramiki w oparciu o litografię)

LTD - low temperature degradation (degradacja w niskiej temperaturze)

M - milled (frezowany)

SGP - struktura geometryczna powierzchni

SLA/STL - stereolithography (stereolitografia)

SLM - selective laser melting (selektywne stapianie laserowe)

SLS - selective laser sintering (selektywne spiekanie laserowe)

SM - subtractive manufacturing (wytwarzanie subtraktywne)

PEEK - polyetheretherketone (polieteroeteroketon)

PICO – population, intervention, comparison, outcome (populacja, interwencja, porównanie, wynik)

PRISMA - preferred reporting items for systematic reviews and meta-analyses (preferowane elementy sprawozdawcze dla przeglądów systematycznych i metaanaliz)

TSB - TrypticSoyBroth

TTC - 2,3,5-triphenyl-tetrazolium chloride solution (roztwór chlorku 2,3,5-trifenylotetrazaliowego)

UV/UVC - ultraviolet / ultraviolet C (ultrafiolet / ultrafiolet typu C)

Wykaz publikacji, na których oparta jest rozprawa doktorska

1. **Frąckiewicz W**, Szymlet P, Jedliński M, Światłowska-Bajzert M, Sobolewska E.

Mechanical characteristics of zirconia produced additively by 3D printing in dentistry - A systematic review with meta-analysis of novel reports.

Dent Mater. 2024 Jan;40(1):124–38.

doi: [10.1016/j.dental.2023.10.020](https://doi.org/10.1016/j.dental.2023.10.020)

IF: 5.000, MNiSW: 140.000

2. **Frąckiewicz W**, Królikowski M, Kwiatkowski K, Sobolewska E, Szymlet P, Tomasik M.

Comparison of Dental Zirconium Oxide Ceramics Produced Using Additive and Removal Technology for Prosthodontics and Restorative Dentistry-Strength and Surface Tests: An In Vitro Study.

Materials (Basel). 2023 Dec 28;17(1):168.

doi: [10.3390/ma17010168](https://doi.org/10.3390/ma17010168)

IF: 3.400, MNiSW: 140.000

3. **Frąckiewicz W**, Pruss A, Królikowski M, Szymlet P, Sobolewska E.

Comparison of the Intensity of Biofilm Production by Oral Microflora and its Adhesion on the Surface of Zirconia Produced in Additive and Subtractive Technology: An In Vitro Study.

Materials (Basel). 2024; 17(6):1231.

doi: [10.3390/ma17061231](https://doi.org/10.3390/ma17061231)

IF: 3.400, MNiSW: 140.000

Wykaz tabel

Tabela 1. Oszacowane w badaniu parametry powierzchniowe.....	37
Tabela 2. Charakterystyka włączonych badań.....	44
Tabela 3. Ocena jakości badań in vitro według narzędzia oceny QUIN.....	67
Tabela 4. Różnice w wytrzymałości na zginanie pomiędzy grupą, w której próbki wykonano metodą wytwarzania przyrostowego (AM) / druku 3D i grupą, w której próbki wykonano metodą subtraktywnego wytwarzania (SM) / frezowania.....	70
Tabela 5. Różnice w mikrotwardości (wg Vickersa) pomiędzy grupą, w której próbki wykonano metodą wytwarzania przyrostowego (AM) / druku 3D i grupą, w której próbki wykonano metodą subtraktywnego wytwarzania (SM) / frezowania.....	74
Tabela 6. Wyniki pomiarów parametrów mechanicznych.....	76
Tabela 7. Wyniki SGP dla próbek z grupy SM przed i po pęknięciu.....	80
Tabela 8. Wyniki SGP dla próbek z grupy AM przed i po pęknięciu.....	81
Tabela 9. Klasyfikacja tworzenia się biofilmu dla poszczególnych szczepów - metoda jakościowa.....	84
Tabela 10. Analiza wpływu materiałów tlenku cyrkonu drukowanego 3D wobec szczepów <i>C. albicans</i> , <i>S. aureus</i> , <i>P. aeruginosa</i> , <i>E. faecalis</i> i <i>S. mutans</i> - metoda ilościowa.....	85
Tabela 11. Analiza wpływu materiałów tlenku cyrkonu frezowanego wobec szczepów <i>C. albicans</i> , <i>S. aureus</i> , <i>P. aeruginosa</i> , <i>E. faecalis</i> i <i>S. mutans</i> - metoda ilościowa...	85

Wykaz rycin

Rycina 1. Diagram przepływu PRISMA 2020.....	22
Rycina 2. Schemat wykonanych próbek przedstawiony za pomocą pliku STL.....	26
Rycina 3. Próbkę po usunięciu z platformy drukarki Ceramaker C900.....	27
Rycina 4. Próbkę z grupy 3D po wydrukowaniu, de-bindingu i po synteryzacji.....	27
Rycina 5. Panel programu DentalCAM 7.08. z projektem próbek.....	28
Rycina 6. Frezarko-szlifierka Z4 frezująca próbki z krążka.....	29
Rycina 7. Próbkę przed umieszczeniem w piecu do synteryzacji.....	29
Rycina 8. Próbkę z grupy SM po wyfrezowaniu i po synteryzacji.....	30
Rycina 9. Ułożenie układu do mierzenia wytrzymałości na zginanie.....	31
Rycina 10. Ułożenie układu do mierzenia wytrzymałości na ściskanie.....	32
Rycina 11. Ustawienie układu do mierzenia gęstości.....	33
Rycina 12. Ustawienie układu do mierzenia twardości wg Vickersa.....	34
Rycina 13. Przekrój wgniecenia wykonanego przez twardościomierz.....	34
Rycina 14. Pomiar SGP powierzchni próbki w pobliżu przełomu.....	36
Rycina 15. Obrazowanie powierzchni próbki w przełomie. Uchwyt dla powtarzalności pomiarów wydrukowano na drukarce 3D.....	38
Rycina 16. Próbkę z tlenku cyrkonu po przepołowieniu - grupa SM (górze) i grupa AM (dół).....	39
Rycina 17. Metodologia badań mikrobiologicznych.....	40
Rycina 18. Analiza wytwarzania biofilmu z wykorzystaniem szczepu <i>C. albicans</i> - metoda jakościowa.....	41
Rycina 19. Analiza wytwarzania biofilmu z wykorzystaniem szczepu <i>C. albicans</i> - metoda ilościowa.....	42
Rycina 20. Forest plot przedstawiający różnicę w wytrzymałości na zginanie pomiędzy metodami wytwarzania addytywnego i subtraktywnego.....	72
Rycina 21. Wykres lejkowy przedstawiający różnicę w wytrzymałości na zginanie pomiędzy metodami wytwarzania addytywnego i subtraktywnego.....	72
Rycina 22. Forest plot przedstawiający różnicę mikro-twardości pomiędzy	

addytywnymi i subtraktywnymi metodami wytwarzania.....	75
Rycina 23. Wykres lejkowy przedstawiający różnicę mikrotwardości pomiędzy addytywnymi i subtraktywnymi metodami wytwarzania.....	75
Rycina 24. Widok histogramu wysokości w kolorach symulowanych dla jednej z próbek z grupy SM: (a) widok 2D; (b) widok 3D.....	78
Rycina 25. Ta sama próbka po pęknięciu (grupa SM) – SGP: (a) widok 2D; (b) widok 3D.....	79
Rycina 26. Widok histogramu wysokości w kolorach symulowanych dla jednej z próbek z grupy AM: (a) widok 2D; (b) widok 3D.....	79
Rycina 27. Ta sama próbka po pęknięciu (grupa AM) – SGP: (a) widok 2D; (b) widok 3D.....	80
Rycina 28. Próbka z grupy SM: (a) histogram w kolorach symulowanych postaci przełomu; (b) widok 3D w kolorach symulowanych postaci przełomu.....	82
Rycina 29. Próbka z grupy AM: (a) histogram w kolorach symulowanych postaci przełomu; (b) widok 3D w kolorach symulowanych postaci przełomu.....	82
Rycina 30. Wyniki średnich i odchyłeń standardowych uzyskanych za pomocą metody ilościowej.....	86

1. Wstęp

1.1. Rys historyczny

Ceramika jest stosowana od wieków do produkcji przedmiotów użytkowych i artystycznych. Jest szeroko wykorzystywana zarówno w przemyśle, jak i w sztuce, ze względu na swoje właściwości, takie jak trwałość, odporność na wysoką temperaturę i możliwość formowania w różne kształty i wzory. Początki ceramiki sięgają pradawnej prehistorii, co sprawia, że jest to jedna z najstarszych form ludzkiej działalności rzemieślniczej. Pierwsze ślady ceramiki pochodzą sprzed tysięcy lat. Pierwsze wyroby ceramiczne były wytwarzane przez ludzkość jeszcze w epoce kamienia. Najwcześniejsze naczynia ceramiczne były proste w formie i służyły głównie celom użytkowym, takim jak przechowywanie wody czy żywności. W neolicie, około 10 000 lat temu, ludzie zaczęli bardziej systematycznie używać ceramiki do produkcji naczyń. Początkowo były one wytwarzane metodą wypalania na otwartym ogniu. W starożytnych cywilizacjach, takich jak Mezopotamia, Egipt, Grecja i Chiny, ceramika odgrywała istotną rolę zarówno w życiu codziennym, jak i w aspektach religijnych i artystycznych [1]. Sztuka ceramiczna rozwijała się równolegle z innymi dziedzinami. Wraz z postępem technologicznym i rozwijającymi się społecznościami, techniki wytwarzania ceramiki stały się coraz bardziej zaawansowane, co umożliwiło produkcję bardziej skomplikowanych i ozdobnych naczyń. Ceramika była niezwykle istotnym elementem rozwoju ludzkiej cywilizacji, zarówno pod względem praktycznym, jak i kulturowym, i nadal odgrywa istotną rolę we współczesnym świecie.

Nazwa wyrobów ceramicznych pochodzi od greckiego określenia *κεραμικός* (*keramikos*) pochodzącego od słowa *κεραμος* (*keramos* – glina, ziemia). W późniejszym okresie Rzymianie zastąpili to określenie słowem *cremare* oznaczającym wypalanie [2], które to było niezbędne do przekształcenia gliny w wyrób garncarski. W dzisiejszych czasach określenie ceramika stosuje się do wszystkich tworzyw nieorganicznych, które nie są metalami, a do których wytworzenia istotnym procesem jest prażenie lub spiekanie, w których to występuje obróbka cieplna materiału.

Na szeroką skalę ceramikę w stomatologii zaczęto stosować na przełomie XVII i XVIII wieku, dopiero kiedy udało się osiąść wiedzę na temat jej wykonywania

i obróbki. Pierwsze informacje na temat użycia ceramiki do wytwarzania protez zębowych zanotowano w starożytnym cesarstwie rzymskim i Erytrei. Jednak dokładniejsze próby uzupełnienia braków zębowych pojawiły się dopiero w XVII wieku, a autorzy tych zabiegów wykorzystywali do tego zęby zwierzęce, ludzkie, kość słoniową i hipopotama, a także tak zwane zęby „minerałowe”, czyli porcelanowe [3,4].

Obecnie w protetyce stomatologicznej używamy kilka rodzajów tworzyw ceramicznych, a najpopularniejsze z nich to [5]:

- ceramika szklana na bazie szpatu polnego,
- ceramika leucytowa,
- ceramika dikrzemowo-litowa,
- ceramika szklana na bazie fluoroaminy czterokrzemowej – mika,
- ceramika na bazie tlenku glinu,
- ceramika na bazie tlenku cyrkonu.

Czysty cyrkon jest srebrzystoszarym metalem, który należy do grupy metali przejściowych. Ulega on bardzo łatwo połączeniu z węglem, azotem i tlenem, dlatego otrzymanie go w czystej postaci jest bardzo trudne. Powierzchnia cyrkonu szybko pokrywa się warstwą tlenków, która chroni go przed następczym utlenianiem. Pierwiastek ten został odkryty w 1789 roku przez niemieckiego chemika Martina Heinricha Klaprotha. Nazwa "cyrkon" pochodzi od arabskiego słowa "zarkun", które oznacza "czerwono-brązowy". Klaproth otrzymał cyrkon z minerału, który pochodził z Cejlonu (obecnie Sri Lanka), lecz nigdy nie udało mu się wyizolować czystego metalu. Dopiero po 35 latach, w 1824 roku dokonał tego szwedzki lekarz i chemik Jons Jacob Berzelius [6,7].

W ciągu XIX i XX wieku cyrkon zyskał na popularności ze względu na swoje zastosowania. W latach 20. XX wieku Niemcy zaczęły stosować cyrkon do produkcji świec zapłonowych. W późniejszych latach, zastosowania cyrkonu rozszerzyły się na wiele dziedzin, w tym na przemysł lotniczy, medycynę i ceramikę techniczną [8]. W stomatologii tlenek cyrkonu na szeroką skalę zaczął być stosowany w latach 70. XX wieku. Dzięki połączeniu wysokiej estetyki i funkcjonalności jego zastosowanie jest cały czas poszerzane - pierwotnie stosowany jako element uzupełnienia stałego lub jego podbudowa, a obecnie także jako samodzielne uzupełnienie protetyczne [9].

1.2. Uzupełnienia w leczeniu protetycznym

Protetyka i stomatologia zachowawcza są dziedzinami stomatologii, które zajmują się rekonstrukcją zniszczonego uzębienia u danego pacjenta. Często do odbudów zębów wykorzystywane są materiały, które stosuje się jako bezpośrednio uzupełnienia, wykonane przez stomatologa w warunkach gabinetu dentystycznego lub pośrednio, wykonane w laboratorium techniki dentystycznej [10]. Bezpośrednio uzupełnienia są zazwyczaj wykonane z materiałów kompozytowych, glassjonomerowych lub ich odmian jak ormocery lub kompomery [11] przez co mogą zostać one wykonane na jednej wizycie. Wykonanie odbudów pośrednich takich jak onlay, overlay, inlay, endokorony lub w przypadku protetyki korony i mosty wymaga większego nakładu pracy, czasu, ale trwałość w przypadku prawidłowego zaplanowania i wykonania takich uzupełnień jest większa [12].

Uzupełnienia protetyczne w stomatologii można podzielić także na ruchome i stałe. Do najpopularniejszych uzupełnień ruchomych należą protezy częściowe lub całkowite, najczęściej wykonywane z takich materiałów jak stopy różnych metali, akrylu lub nowocześniejszych materiałów jak nylon, acetal czy testowany w niedawnych badaniach polieteroeteroketon (PEEK) [13,14]. Do wykonania uzupełnień stałych takich jak korony i mosty, które osadza się na zębie filarowym lub filarze implantowanym najczęściej wybieranym materiałem ze względów estetyki są uzupełnienia pełnoceramiczne, które różnią się między sobą potencjałem estetycznym czy właściwościami fizycznymi, w zależności od użytego materiału [15,16]. Uzupełnienia stałe nie tylko powinny spełniać wymogi wizualne, ale także posiadać odpowiednie parametry wytrzymałościowe, stąd często wykonuje się również prace na podbudowie metalowej, które z czasem powodują nieestetyczny efekt przeświecania metalu w regionie przyszyjkowym zęba [17]. Materiałem łączącym nie tylko dobrą estetykę oraz wytrzymałość, ale również wysoką biogodność jest dwutlenek cyrkonu, tworzywo ceramiczne wyjątkowo odporne na pękanie, stanowiące materiał, który będzie zarówno odpowiednią podbudową pod korony i krótkie mosty protetyczne, jak i ze względu na swoją wytrzymałość mechaniczną pod rozległe prace na filarach implantowanych, a także samodzielne uzupełnienia zachowawczo-protetyczne typu inlay, onlay lub overlay [18,19,20].

1.3. Dwutlenek cyrkonu w protetyce stomatologicznej

Materiałami wykorzystywanymi w nowoczesnej stomatologii do wytwarzania uzupełnień stałych są często różnego rodzaju ceramiki. Jedną z najpopularniejszych jest dwutlenek cyrkonu, który pozwala nie tylko na zapewnienie dobrych efektów estetycznych, ale także posiada bardzo wysokie parametry mechaniczne [21,22]. Pierwotnie ze względów braku zróżnicowania odcieni cyrkonu był on stosowany tylko jako element pracy, na przykład w postaci podbudów pod uzupełnienia stałe, kiedy miał on ograniczony kontakt z warunkami panującymi w jamie ustnej tylko do obszaru przyszyjkowego i części przylegającej do zęba. Obecnie, kiedy to producenci są w stanie dostarczyć tlenek cyrkonu w postaci bloczków do frezowania, które nie tylko mogą być w odpowiednim kolorze, ale także ich odcień może ulegać zmianie na całej długości uzupełnienia, tlenek cyrkonu może być używany jako jedyny materiał stanowiący uzupełnienie protetyczne, bez potrzeby jego licowania [23].

W wytwarzanych obecnie uzupełnieniach protetycznych niezbędna jest doskonała estetyka, trwałość i biokompatybilność. Lekarze dentyści stale poszukują coraz to nowszych rozwiązań i materiałów, kierując się oczekiwaniami pacjenta dotyczącymi wyglądu uzupełnienia. W związku z tym coraz częściej prace na podbudowie metalowej są zastępowane odbudowami pełnoceramicznymi. Ceramikę o wysokiej wytrzymałości, taką jak tlenek cyrkonu, wprowadzono wraz ze zmianą procesu produkcyjnego, ponieważ zapewnia ona bardzo dobry efekt estetyczny [24]. Pojedyncze korony, stałe protezy dentystyczne o krótkiej i długiej rozpiętości oraz uzupełnienia pełnego łuku są często wykonane z monolitycznego materiału tlenku cyrkonu [25]. Najbardziej wytrzymałym i najbardziej nieprzezroczystym gatunkiem tlenku cyrkonu dentystycznego jest tetragonalny tlenek cyrkonu stabilizowany 3 mol% itrem (3Y-TZP), następnie bardziej przezroczysty, ale mający nieznacznie słabsze parametry wytrzymałościowe to tlenek cyrkonu z 4 mol% itru, częściowo stabilizowany (4Y-PSZ), a na koniec bardziej półprzezroczyste, ale mechanicznie najslabsze materiały 5 i 6% molowe 5Y/6Y-PSZ [24].

Wraz z rozwojem nowych technologii zostały przedstawiane nowe koncepcje wytwarzania tlenku cyrkonu. Najbardziej popularną i powszechnie stosowaną jest metoda ubytkowa, wspierana technologią CAD/CAM (Computer-Aided Design

i Computer-Aided Manufacturing) [26,27,28], a polegająca na frezowaniu uzupełnienia z danego bloczku lub dysku, które wcześniej jest projektowane na podstawie skanu jamy ustnej wykonanego w gabinecie dentystycznym [29]. W chwili obecnej na rynku istnieje wiele systemów wytwarzania uzupełnień z tlenku cyrkonu w tej technologii, a do najbardziej znanych można zaliczyć: Lava (3M-ESPE), Procera (NobelBiocare), Cercon (Dentsply), Everest (Kavo) czy IPS e.max (Ivoclar Digital).

Do wykonywania koron i stałych protez dentystycznych, dzięki postępowi technologii CAD/CAM i materiałoznawstwa, tlenek cyrkonu częściowo stabilizowany itrem zyskał dużą popularność [30] ze względu na brak metalu i wysoką wytrzymałość na zginanie od 900 do 1200 MPa [31,32].

1.4. Technologia wytwarzania przyrostowego (AM) / druku 3D z użyciem tlenku cyrkonu

Rozwój cyfryzacji pozwolił na wprowadzenie do stomatologii druku 3D, co umożliwia szybsze wykonywanie poszczególnych etapów leczenia w gabinecie stomatologicznym. Technologia ta ma zastosowanie między innymi w chirurgii - dzięki zastosowaniu drukowanych szablonów do wprowadzaniu implantów [33,34], a także w ortodoncji, pozwalając na drukowanie specjalnych nakładek lub zamków na zęby w przystosowanym do tego oprogramowaniu [35,36]. Technologia ta ma również zastosowanie w protetyce stomatologicznej. Drukarka 3D mogą pracować ze skanerami wewnątrzustnymi i oprogramowaniem CAD/CAM, co ogranicza ryzyko ludzkiego błędu i zapewnia powtarzalność rezultatów. Na podstawie skanu jamy ustnej pacjenta możliwe jest wydrukowanie modelu, które standardowo są odlewane z gipsu. Drukarka działa bezobsługowo przez większość czasu, co wymaga mniejszego nakładu pracy niż tradycyjne techniki modelowania i umożliwia automatyzację całego procesu [37,38].

Najnowszym osiągnięciem w stomatologii jest konstruowanie uzupełnień dentystycznych przy użyciu druku 3D za pomocą cienkich warstw materiału, po którym następują etapy utwardzania i wykańczania. Proces ten, znany również jako wytwarzanie przyrostowe lub addytywne (AM), wykorzystuje różnorodne techniki, w tym wytłaczanie materiałów termoplastycznych, fotopolimeryzację w kadzi, natryskiwanie spoiwa i materiału, stapianie w złożu proszkowym i inne [25].

Dzięki tej technice zaprojektowany w oprogramowaniu CAD plik standardowego języka teselacji (STL) zęba jest przekształcany na dane przekroju składające się z dwuwymiarowych warstw, na podstawie których tworzony jest projekt uzupełnienia w celu uzyskania wymaganego kształtu poprzez ułożenie materiałów jeden na drugim, warstwę po warstwie w drukarce [39,40,41].

W zastosowaniach stomatologicznych stosuje się kilka technologii druku 3D. Do najpopularniejszych z nich można zaliczyć:

- SLA (Stereolitography),
- DLP (Digital Light Processing),
- FDM (Fused Deposition Modeling),
- LCM (Lithography-based Ceramic Manufacturing) [42,43].

Technologie te są wprowadzane także do praktyki klinicznej z powodu swoich zalet, takich jak drukowanie w różnych porowatościach i gęstościach [44], a także możliwość wykonania skomplikowanych geometrycznie struktur [45].

W przypadku ceramiki dominują metody pośrednie AM. Faza ciekła w produkcji ceramiki w oparciu o litografię (LCM) i stereolitografii (SLA) lub składnik topliwy w produkcji drukowania trwałych części z tworzyw termoplastycznych (FDM) są niezbędne do kształtowania ceramiki w pośrednim wytwarzaniu przyrostowym (AM) [46].

W zastosowaniach stomatologicznych najpowszechniej stosowaną technologią AM jest stereolitografia (SLA), w której konstruowanie przedmiotu polega na osadzeniu części łatwo polimeryzującego materiału światłoczułego. W AM opartym na stereolitografii ceramika nie jest tak często stosowana jak polimery i metale. Przyczyną tego jest delikatna obróbka końcowa następująca po kształtowaniu, która obejmuje etapy suszenia, usuwania spoiw i spiekania w celu nadania ceramice jej właściwości i ostatecznego kształtu. Niemniej jednak opracowano kilka metod AM do kształtowania ceramiki i szkła. Istnieją ograniczenia dotyczące technik bezpośredniego kształtowania, takich jak selektywne spiekanie/topienie laserowe (SLS/SLM), ze względu na obawy dotyczące powierzchni i jakości produktów. Najczęściej wykorzystywanym materiałem tlenku cyrkonu w tej technologii jest 3DMix ZrO₂ (3DCeram, Francja) [47]. Sterowana komputerowo wiązka lasera oświetla powierzchnię światłoczułej żywicy, warstwa po warstwie w obszarze drukowanego obiektu, powodując jej polimeryzację [48]. Technologia SLA różni się od technologii DLP (Digital Light Processing) tym,

że w SLA dochodzi do utwardzania żywicy w jednym punkcie na raz, a wiązka lasera jest prowadzona przez układ optyczny, podczas gdy w DLP do utwardzenia całej warstwy żywicy jednocześnie na drodze naświetlania matrycą światła UV [49].

W wytwarzaniu tlenku cyrkonu technologią druku 3D często wykorzystywany jest także materiał LithaCon 230Y (Lithoz, Austria) [50-54], który jest wytwarzany w technologii LCM. Podstawę procedury produkcji ceramiki opartej na litografii (LCM) opracowanej przez firmę Lithoz (Wiedeń, Austria) stanowi utwardzanie warstwa po warstwie zawiesiny ceramicznej w świetle widzialnym (niebieskim). Odpowiedni proszek ceramiczny - w tym przypadku tlenek cyrkonu tworzy zawiesinę w fotoutwardzalnych żywicach z dodatkami zapewniającymi optymalną przetwarzalność [55].

W przypadku tlenku cyrkonu wykonywanego techniką ubytkową wiele publikacji [56,57] donosi o jego wysokiej odporności na pękanie i ściskanie, a także przedstawia jak wygląda struktura geometryczna jego powierzchni [58]. Na temat materiałów wykonanych technologią addytywną również możemy znaleźć kilka prac dotyczących opisu ich cech mechanicznych, jak i struktury geometrycznej [59,60], jednak informacje te wydają się być niewystarczające, gdyż nie obejmują one często niektórych cech podstawowych materiałów, jak na przykład ich gęstości lub twardości, a także bardzo istotnej cechy dla materiałów stomatologicznych jaką jest ich odporność na ściskanie. Niektórzy autorzy wykazali, że wytrzymałość na zginanie tlenku cyrkonu drukowanego jest niższa niż frezowanego [61]. Natomiast w dostępnej literaturze występuje mała ilość artykułów odnoszących się do wytrzymałości na ściskanie, które porównywałyby tę cechę dla obu materiałów.

1.5. Biokompatybilność tlenku cyrkonu

W ostatnim czasie tlenek cyrkonu jest często stosowany w implantoprotetyce jako materiał wykorzystywany do wykonawstwa wszczepów, przez co ma on kontakt nie tylko z powierzchnią zęba, ale również z tkankami kostnymi pacjenta. Wraz z rozwojem i zwiększeniem zastosowania tlenku cyrkonu w stomatologii pojawił się problem w postaci ekspozycji tego materiału na warunki panujące w jamie ustnej, w tym osadzania się na jego powierzchni różnego rodzaju mikroorganizmów. Tlenek

cyrkonu jest znany ze swoich bardzo dobrych cech wytrzymałościowych, ale także z doskonałej biokompatybilności [62].

W jamie ustnej znajduje się ponad 700 różnych gatunków grzybów i bakterii [63]. Większość z nich to łagodne mikroorganizmy, które chronią zęby i tkanki jamy ustnej, a jednocześnie pomagają w trawieniu posiłków. Powierzchnie w jamie ustnej takie jak policzki, język, zęby, a także uzupełnienia stomatologiczne są miejscem akumulacji elementów mikroflory, które nie będąc oczyszczone w odpowiednim przedziale czasu mogą prowadzić do chorób dziąseł i uszkodzeń zębów. Stan uzębienia jest zagrożony głównie ze strony bakterii rozkładających węglowodany, w tym *Streptococcus mutans* i *Streptococcus gordonii* [64]. Wykorzystują one do wzrostu przede wszystkim węglowodany, które pozostają w jamie ustnej po jedzeniu, jeśli nie do końca ją wyczyścimy. Bakterie te zamieniają węglowodany w kwasy, które zmieniają pH w naszej jamie ustnej, sprzyjając rozwojowi próchnicy i uszkodzeniom szkliwa. U ludzi w jamie ustnej występują również grzyby, które stanowią fizjologiczną florę jamy ustnej i zazwyczaj nie wywołują objawów nawet przez całe życie. Część osób może jednak zachorować na grzybicę w przypadku osłabienia odporności lub leczenia za pomocą antybiotyków. Grzybem najczęściej wywołującym grzybicę jamy ustnej jest *Candida albicans*, zdarzają się jednak również infekcje spowodowane drożdżakami z rodzaju *Candida krusei*, *Candida tropicalis* czy *Candida glabrata* [65].

W przypadku tlenku cyrkonu wytwarzanego w technologii addytywnej możemy znaleźć publikacje traktujące o jego parametrach mechanicznych takich jak wytrzymałość na ściskanie lub twardość [61,66]. Biorąc pod uwagę parametry użytkowe i ekspozycję tego materiału na warunki panujące w jamie ustnej, można znaleźć publikacje na temat tlenku cyrkonu wytwarzanego techniką frezowania [67], ale brak na ten temat publikacji odnośnie materiału wytworzonego techniką przyrostową. Bardzo istotne jest jak mikroflora jamy ustnej wpływa na wytwarzanie biofilmu i przyleganie bakterii oraz grzybów do powierzchni tlenku cyrkonu drukowanego 3D w porównaniu do wytwarzanego w technologii ubytkowej.

2. Cel pracy

Celem pracy było zebranie i usystematyzowanie dostępnej w piśmiennictwie wiedzy na temat rodzajów tlenku cyrkonu dostępnych w technologii 3D, a także porównanie ich pod względem parametrów mechanicznych do ceramiki cyrkonowej wytwarzanej za pomocą technologii frezowania. Wykonano również analizę porównawczą najczęściej używanego tlenku cyrkonu wykonanego technologią przyrostową do wytwarzanego techniką ubytkową (wspieraną systemem CAD/CAM) nie tylko pod względem właściwości mechanicznych, ale także fizycznych i powierzchniowych. Określono także intensywność wytwarzania biofilmu na powierzchni obu materiałów.

Hipoteza zerowa postawiona w pracy zakładała, że ceramika wykonana w technologii addytywnej nie różni się parametrami użytkowymi względem ceramiki frezowanej.

Badania obejmowały:

1. Przegląd systematyczny wraz z metaanalizą dotyczący parametrów mechanicznych tlenku cyrkonu drukowanego 3D.
2. Ocenę właściwości mechanicznych i fizycznych badanych materiałów:
 - a. wytrzymałości na zginanie,
 - b. wytrzymałości na ściskanie,
 - c. twardości,
 - d. gęstości.
3. Ocenę właściwości powierzchniowych materiałów:
 - a. chropowatości,
 - b. propagacji pęknięć.
4. Ocena intensywności wytwarzania biofilmu przez drobnoustroje jamy ustnej na powierzchni badanych materiałów z użyciem:
 - a. metody jakościowej wg Richardsa,
 - b. metody ilościowej wg Mączyńskiej i wsp.

3. Materiał i metody

3.1. Metodyka przeglądu systematycznego i metaanalizy dotyczących parametrów mechanicznych tlenku cyrkonu w technologii druku 3D względem frezowanego

3.1.1. Strategia wyszukiwania

Wykonano przegląd systematyczny zgodnie z oświadczeniem PRISMA [68], wytycznymi dotyczącymi raportowania [69,70] oraz wytycznymi z Cochrane Handbook for Systematic Reviews of Interventions [71]. W dniu 4 lutego 2023 roku przeprowadzono serię wstępnych przeszukań baz: PubMed Central, Scopus, Web of Science i Embase. Następnie w dniu 5 kwietnia 2023 roku przeprowadzono ostateczne wyszukiwanie z tych samych wyszukiwarek z następującymi słowami kluczowymi: (zirconia) AND (additive manufacturing OR 3d-printing OR AM) AND (prosthodontics OR crown). Wyszukiwane ciągi znaków różnią się nieco w poszczególnych wyszukiwarkach, dokładne zastosowane ciągi wyszukiwania zostały opisane na diagramie przepływu PRISMA 2020 (**Rycina 1**). Zgodnie z wytycznymi PICO(S) [72] ramy niniejszego przeglądu systematycznego obejmują:

Populacja: próbki tlenku cyrkonu wykonane metodą addytywną;

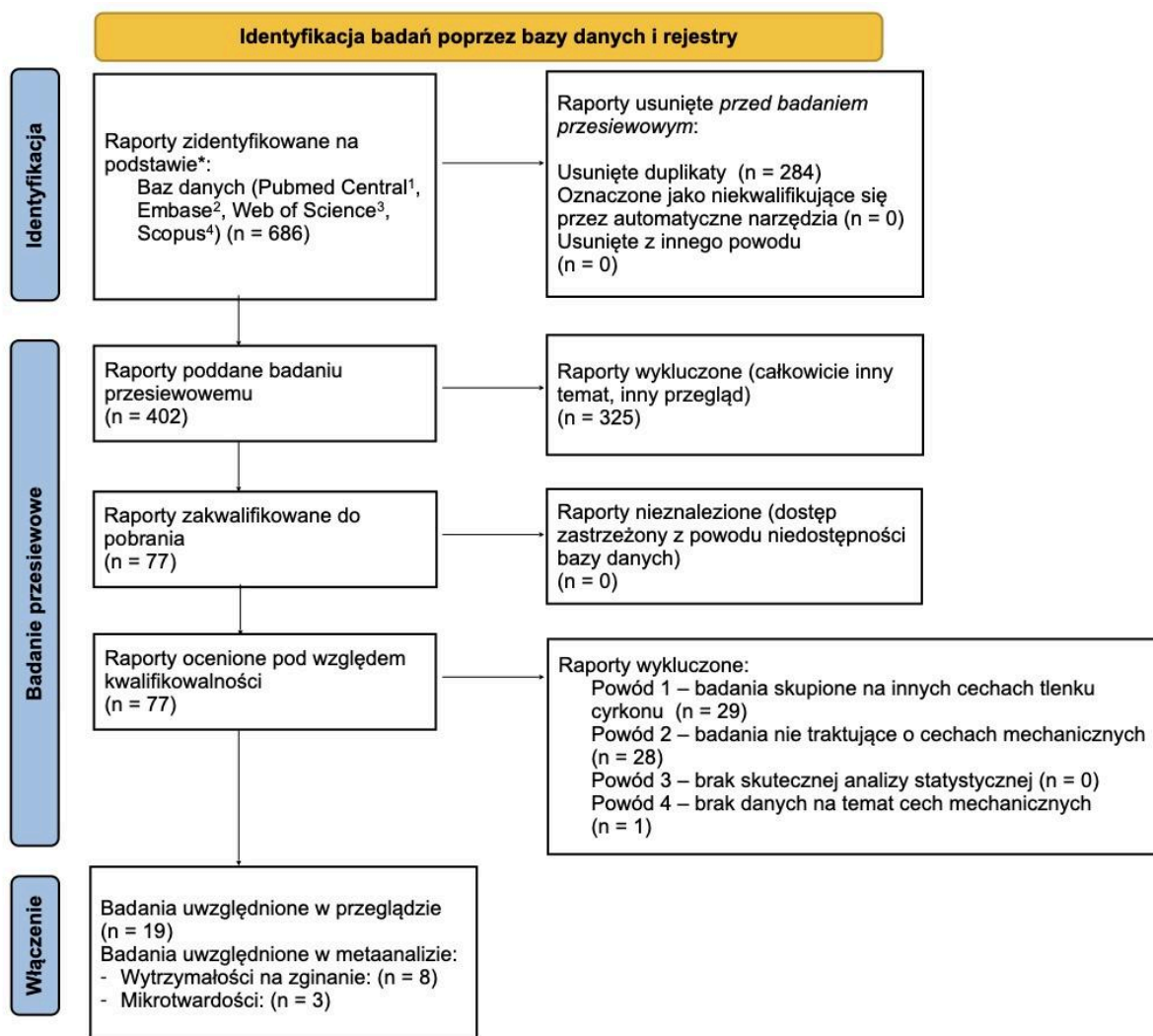
Interwencja: badania właściwości mechanicznych;

Porównanie: próbki wykonane metodą wytwarzania przyrostowego (AM) / 3D metoda druku a próbki wykonane metodą produkcji subtraktywnej (SM) / metoda frezowania;

Wyniki: wartość danego parametru mechanicznego;

Projekt badania: badania in vitro, badania kliniczne.

Pytanie PICO(S) było następujące: „Czy tlenek cyrkonu wytwarzany addytywnie może zastąpić tlenek cyrkonu frezowany w stomatologii?”.



1 – wstążka wyszukiwania: ("zirconia s"[All Fields] OR "zirconias"[All Fields] OR "zirconium oxide"[Supplementary Concept] OR "zirconium oxide"[All Fields] OR "zirconia"[All Fields]) AND ("addit manuf"[Journal] OR ("additive"[All Fields] AND "manufacturing"[All Fields]) OR "additive manufacturing"[All Fields] OR ("printing, three dimensional"[MeSH Terms] OR ("printing"[All Fields] AND "three dimensional"[All Fields]) OR "three-dimensional printing"[All Fields] OR ("3d"[All Fields] AND "printing"[All Fields]) OR "3d printing"[All Fields]) OR "AM"[All Fields]) AND ("prosthodontically"[All Fields] OR "prosthodontics"[MeSH Terms] OR "prosthodontics"[All Fields] OR "prosthodontic"[All Fields] OR ("crown s"[All Fields] OR "crowned"[All Fields] OR "crowns"[MeSH Terms] OR "crowns"[All Fields] OR "crown"[All Fields])) - 243 wyników

2 – wstążka wyszukiwania: ('zirconia'/exp OR zirconia) AND ('additive manufacturing'/exp OR 'additive manufacturing' OR (('additive'/exp OR additive) AND ('manufacturing'/exp OR manufacturing)) OR '3d printing'/exp OR '3d printing' OR am) AND ('prosthodontics'/exp OR prosthodontics OR 'crown'/exp OR crown) – 177 wyników

3 – wstążka wyszukiwania: (ALL=((zirconia) AND (additive manufacturing OR 3d-printing OR AM) AND (prosthodontics OR crown)) - 200 wyników

4 – wstążka wyszukiwania: TITLE-ABS-KEY ((zirconia) AND (additive OR 3d-printing) AND (prosthodontics OR crown)) - 66 wyników

* – w pozostałych badaniach nie było grupy kontrolnej lub przeprowadzono specyficzne porównanie, którego nie stwierdzono w innych badaniach

Rycina 1. Diagram przepływu PRISMA 2020.

3.1.2. Kryteria kwalifikacji badań do przeglądu systematycznego

W opisanym przeglądzie systematycznym zastosowano następujące kryteria włączenia:

Rodzaj badania: badania in vitro, badania kliniczne.

Wyniki badań: właściwości mechaniczne takie jak: wytrzymałość na zginanie, twardość, wytrzymałość wiązania na ścinanie, udarność, wytrzymałość na ściskanie, moduł sprężystości, odporność na pękanie.

Przedmiot badań: ocena parametrów mechanicznych w procesie wytwarzania przyrostowego i subtraktywnego.

Przedmiot badań: dentystyczny tlenek cyrkonu.

Następujące kryteria były wykluczające: Badania nie odnoszące się do projektowania tlenku cyrkonu, badania retrospektywne in vivo, badania ex vivo z wykorzystaniem analizy elementów skończonych i symulacji komputerowych, opisy przypadków, recenzje, opinie autorów, rozdziały w książkach, sprawozdania z konferencji, badania z brakiem skutecznej analizy statystycznej, badania nie odnoszące się do produkcji subtraktywnej, ale innej technologii produkcji cyrkonu.

Nie zastosowano żadnych ograniczeń językowych.

3.1.3. Ekstrakcja danych

Po pobraniu wyników z wyszukiwarek w celu utworzenia bazy danych, duplikaty zostały usunięte. Następnie tytuły i streszczenia były analizowane niezależnie przez dwóch badaczy, zgodnie z kryteriami kwalifikacji. Przeanalizowano pełny tekst każdego wybranego artykułu, aby sprawdzić, czy nadaje się on do umieszczenia zgodnie z kryteriami włączenia. Ilekroć pojawiał się spór, był on rozwiązywany poprzez dyskusję z trzecim autorem badaczem poprzez wspólną analizę danego tytułu i zakwalifikowanie badania, jeśli wszyscy trzej badaczy zgodzili się na to zgodnie z sugestiami zawartymi w wytycznych Cochrane Collaboration [71]. Poszukiwano danych dotyczących parametrów mechanicznych w technologiach wytwarzania przyrostowego i subtraktywnego. Nie wykluczono żadnych metod wytwarzania przyrostowego. Wyodrębniono z załączonych prac wartości właściwości mechanicznych, aby znaleźć te, które były wykorzystywane w większości badań i dzięki temu można było je porównać. Autorstwo, rok publikacji, typ każdego

kwalifikującego się badania i jego główne wyniki dotyczące właściwości mechanicznych w różnych badaniach zostały wyodrębnione przez tych samych dwóch badaczy.

3.1.4. Ocena jakości badań

Analizie za pomocą narzędzia oceny QUIN poddano dziewiętnaście badań [44,47,50-54,60,61,73-82]. Wszystkie badania *in vitro* jasno opisywały cel. Jak stwierdzono w oświadczeniach PRISMA, ocena jakości metodologicznej dostarcza wskazówek co do znaczenia dowodów przedstawionych w badaniu, ponieważ błędy metodologiczne mogą powodować błędy systematyczne, a tym samym osłabiać znaczenie dowodów [68]. Ponieważ wszystkie uwzględnione badania miały charakter eksperymentalny *in vitro*, zastosowano skalę specyficzną dla danego typu proponowaną dla badań *in vitro* w stomatologii; narzędzie oceny QUIN. Oceny dokonało dwóch niezależnych badaczy. Każde z dwunastu kryteriów zawartych w narzędziu, a mianowicie jasno określone cele, szczegółowe wyjaśnienie obliczenia wielkości próby, szczegółowe wyjaśnienie techniki pobierania próbek, szczegóły grupy porównawczej, szczegółowe wyjaśnienie metodologii, szczegóły operatora, randomizacja, metoda pomiaru wyniku, szczegóły oceny wyniku, zaślepienie, analiza statystyczna, prezentacja wyników zostały ocenione zgodnie ze standardami zaproponowanymi w narzędziu. Jeżeli dana cecha została odpowiednio określona, badanie otrzymywało 2 punkty, jeśli została niewłaściwie wymieniona = 1 punkt, nieokreślona = 0 punktów i nie dotyczy = wykluczenie kryteriów z obliczeń. Następnie obliczono ogólny wynik danego badania, aby ocenić dane badanie jako z wysokim, średnim lub niskim ryzykiem stroniczości (>70% = niskie ryzyko stroniczości, 50–70% = średnie ryzyko stroniczości oraz <50% = wysokie ryzyko stroniczości) [83].

3.1.5. Metodyka metaanalizy

Metaanalizę przeprowadzono za pomocą programu statystycznego R, wersja 4.2.2 (The R Foundation for Statistical Computing, Wirtschaftsuniversität Wien, Wiedeń, Austria), stosując model efektów losowych za pośrednictwem pakietu Metafor R [83]. Jako oszacowanie efektu obliczono standaryzowaną średnią różnicę

(SMD). Heterogeniczność oceniano ilościowo za pomocą statystyki I² i Q Cochrana [84]. Wyniki uznano za istotne statystycznie przy $p < 0,05$. Błąd publikacji oszacowano za pomocą wykresu lejkowego i testu asymetrii Eggera [85].

3.2. Wytworzenie próbek tlenku cyrkonu do badań

Podstawowym kryterium wyboru materiału do badań była możliwość pozyskania materiału na rynku międzynarodowym, a także dostępność w naukowych bazach danych (w tym wypadku PubMed) artykułów odnoszących się do danego rodzaju materiału.

W technologii druku 3D po pierwotnej ocenie zostały wyselekcjonowane dwa materiały, które pozwalają na wykonanie precyzyjnych prac, które mają zastosowanie w stomatologii:

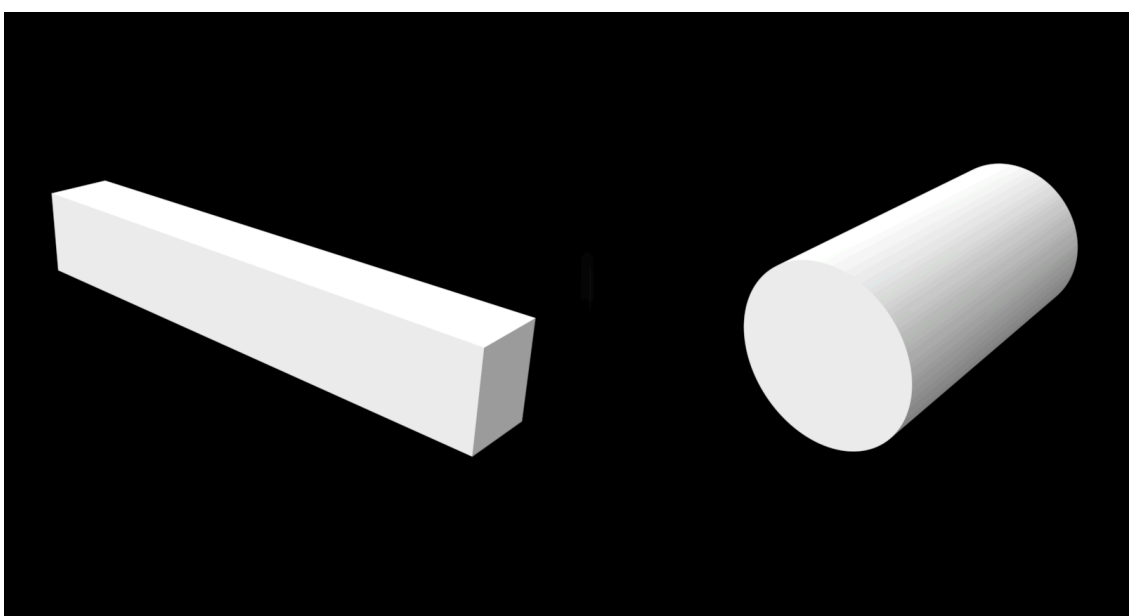
- materiał LithaCon 3Y 230, drukarka CeraFab System S65 Medical (Lithoz, Wiedeń, Austria),
- materiał 3DMix ZrO₂, drukarka CeraMaker 900 (3D Ceram, Sinto, Francja).

W czasie rozpoczęcia badań materiał LithaCon nie był dostępny. W marcu 2023 roku firma poinformowała, że zaprzestała czasowo prac nad tym materiałem, skupiając się na rozwoju ceramiki z dwukrzemianu litu. Na początku badania firmy dotyczyły TZP (tetragonal zirconia polycrystal), czyli szukanym przez nas tlenku cyrkonu z dodatkiem itru o zawartości około 3%. Niestety w przypadku technologii LCM (Lithography-based Ceramic Manufacturing) - autorskiej technologii firmy - wystąpiły problemy z przezroczystością i czasem trwania obróbki termicznej (do 10 dni). Z tego właśnie powodu został wybrany materiał 3DMix ZrO₂.

W technologii frezowania w systemie CAD/CAM po przestudiowaniu dostępnej literatury zdecydowano, że do badań należy wybrać materiał, który wykazuje wysokie wyniki parametrów mechanicznych nie tylko wg producenta, ale również potwierdzonych w badaniach naukowych. Estetyka w przeprowadzanych badaniach nie była jednym z kryteriów włączenia materiału podczas jego wyboru, ponieważ nie była ona ocenianym parametrem porównawczym. Z tego powodu wybrano tlenek cyrkonu z dodatkiem 3 molowego tlenku itru (IPS e.max ZirCAD LT, Ivoclar Digital, Liechtenstein), z którego wykonano próbki o odpowiednich kształtach do wybranych testów właściwości mechanicznych, powierzchniowych, a następnie mikrobiologicznych.

3.2.1. Projekt próbek

Wykonano 20 sztabek cyrkonu o wymiarach 30x5x4mm oraz 20 cylindrów o wymiarach $\phi 5 \times 10$ mm w dwóch technologiach, po 10 próbek danego kształtu za pomocą technologii frezowania (grupa SM) oraz technologii addytywnej (grupa AM). Próbki zostały zaprojektowane przy użyciu specjalnego oprogramowania (Exocad Rijeka 3.1, Exocad GmbH, Germany), a modele ich kształtów próbek (**Rycina 2**) zostały wyeksportowane w formacie STL.



Rycina 2. Schemat wykonanych próbek przedstawiony za pomocą pliku STL.

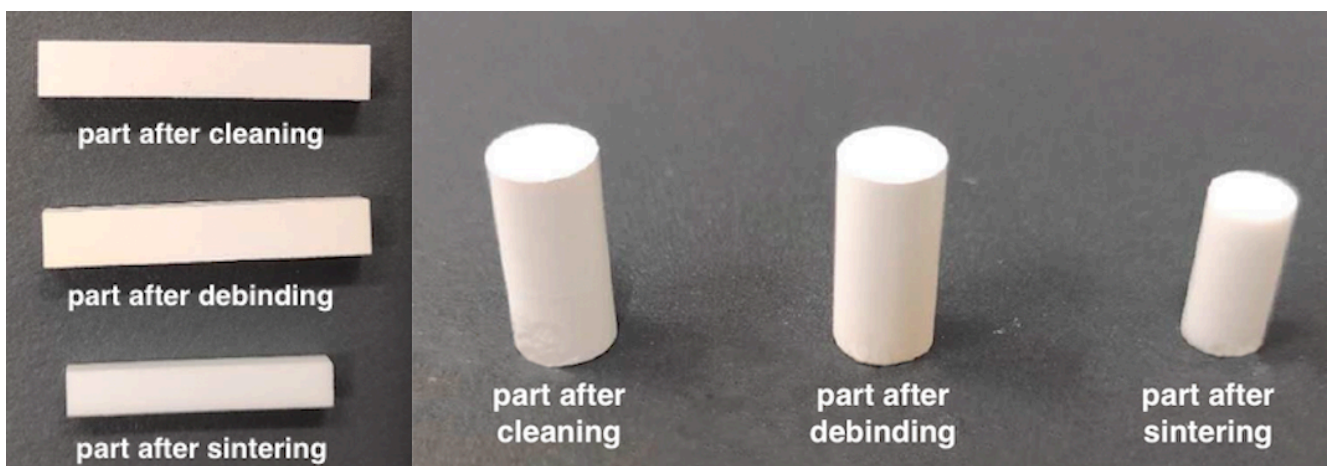
3.2.2. Wykonanie próbek w technologii addytywnej

Wykonano 20 próbek w technologii przyrostowej (grupa AM) na drukarce 3D (Ceremaker C900, 3D Ceram Sinto, France), w której polimeryzacja odbywała się za pomocą lasera UV o długości 355 nm i średnicy punktu spieku $\sim 35 \mu\text{m}$ leżącego u podstawy platformy. Drukarka ta drukuje w technologii SLA (stereolitograficznej), bazującej na procesie fotopolimeryzacji zawiesiny (3DMix ZR3-F01, 3D Ceram Sinto, France). Użyta zawiesina (**Rycina 3**) do drukowania części złożona jest z proszku ceramicznego (tlenku cyrkonu klasy medycznej) i światłoczułego polimeru. Polimer ten, czyli substancje organiczne, spalono podczas procesu usuwania

wiązania (de-binding). Po spiekaniu zawiesiny w procesie synteryzacji (**Rycina 4**) pozostała jedynie struktura ceramiczna.



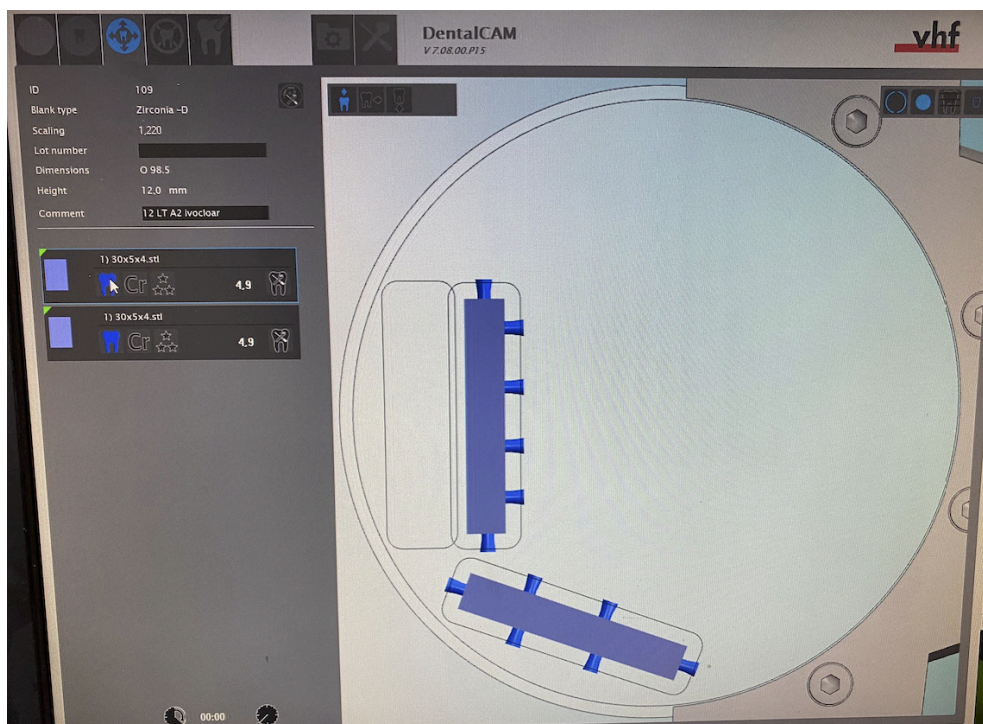
Rycina 3. Próbkki po usunięciu z platformy drukarki Ceramaker C900.



Rycina 4. Próbkki z grupy 3D po wydrukowaniu, de-bindingu i po synteryzacji.

3.2.3. Wykonanie próbek w technologii frezowania

Wykonano 20 próbek z dwóch monolitycznych krążków cyrkonowych z dodatkiem 3 molowego tlenku itru (IPS e.max ZirCAD LT, Ivoclar Digital, Liechtenstein) w odcieniu A2 o wysokości 12 i 14mm. W specjalnym oprogramowaniu zaprojektowano kształt próbek (DentalCAM 7.08, VHF, Germany) z powiększeniem równym 1.220 (**Rycina 5**), gdyż tlenek cyrkonu w trakcie spiekania zmniejsza swoje rozmiary. Próbki zostały wyfrezowane (**Rycina 6**) na 4 osiowej frezarko-szlifierce (Z4, VHF, Germany), a następnie spiekano w piecu (HT-S Speed; Mihm-Vogt, Germany) do temperatury 1530 stopni Celsjusza (**Rycina 7**). Po procesie synteryzacji zostały ochłodzone stopniowo do temperatury pokojowej zgodnie z zaleceniami producenta (**Rycina 8**).



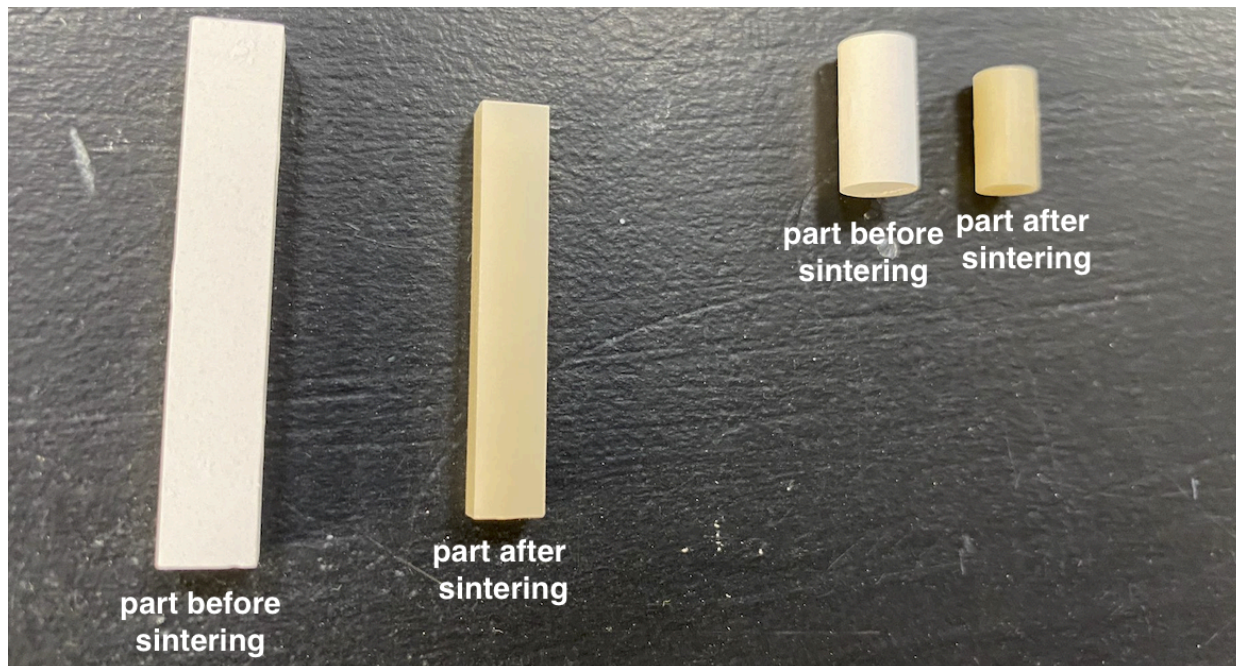
Rycina 5. Panel programu DentalCAM 7.08. z projektem próbek.



Rycina 6. Frezarko-szlifierka Z4 frezująca próbki z krążka.



Rycina 7. Próbkki przed umieszczeniem w piecu do synteryzacji.



Rycina 8. Próbkki z grupy SM po wyfrezowaniu i po syntyeryzacji.

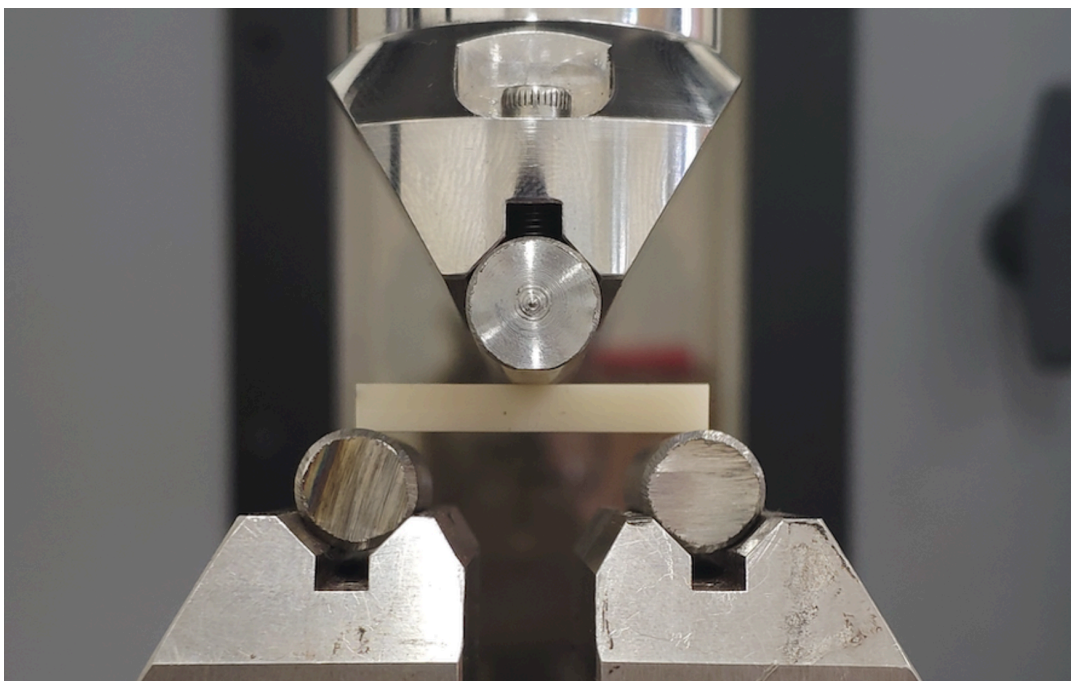
3.3. Metody pomiaru właściwości mechanicznych tlenku cyrkonu

Ceramika z tlenku cyrkonu wyróżnia się spośród innych materiałów ceramicznych unikalnymi właściwościami mechanicznymi. Cechuje się dużą odpornością na zginanie i ściskanie. Ma również bardzo niski współczynnik tarcia i doskonale nadaje się do polerowania. Dla badań porównawczych wybrano zestaw cech, które są najważniejszymi dla materiału ceramicznego, który wykorzystywany jest jako uzupełnienie protetyczne w jamie ustnej.

3.3.1. Ocena wytrzymałości na zginanie materiałów

Wykonano trzy-punktowy test zginania na układzie złożonym z dwóch podpór w kształcie walców umieszczonych w odległości od siebie $L=28\text{mm}$. Do testu wykorzystano 10 próbek w kształcie sztabki z każdej grupy ($n=10$), a pomiary wykonano używając uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej (ElectroPuls E10000, Instron, USA). Punkt przyłożenia ogniwa obciążnikowego w kształcie walce znajdował się na środku próbki (**Rycina 9**), a prędkość obciążania wynosiła 1mm/min . Podczas testu zarejestrowano naprężenia maksymalne dla każdej próbki, w których doszło do jej pęknięcia. Charakterystyka naprężenia i odkształcenia

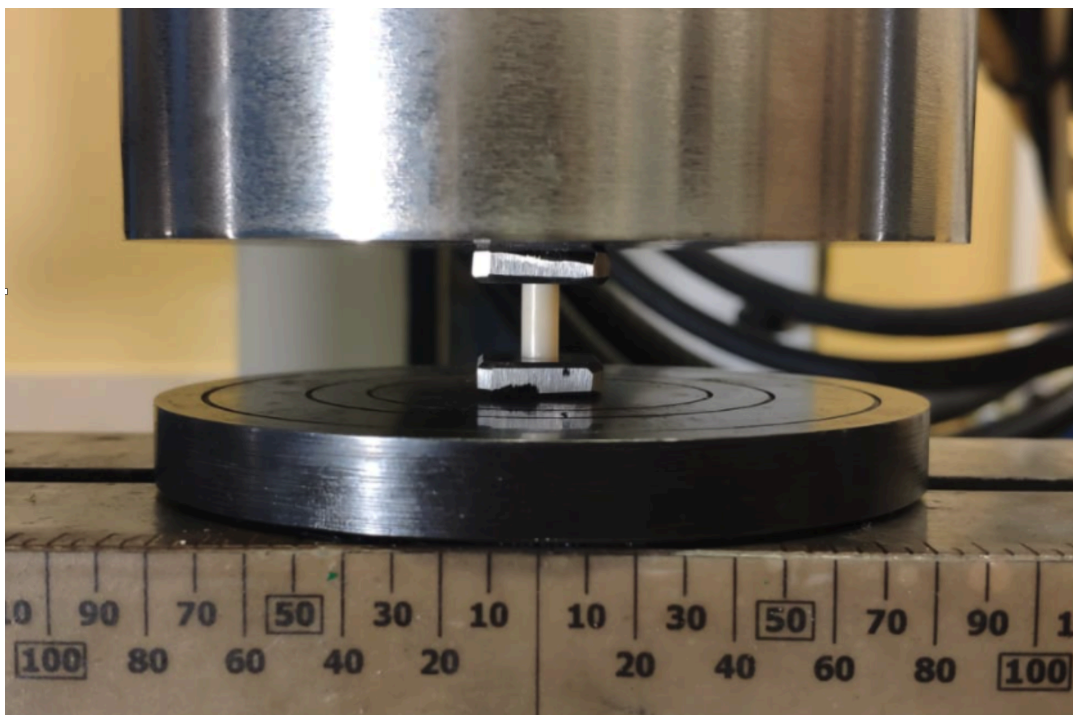
skorygowana o sztywność układu pozwoliły na wyznaczenie współczynników sprężystości podłużnej (modułu Younga) dla badanych materiałów.



Rycina 9. Ułożenie układu do mierzenia wytrzymałości na zginanie.

3.3.2. Ocena wytrzymałości na ściskanie materiałów

Wykonano pomiar wytrzymałości na ściskanie tlenku cyrkonu z obu grup. Do testu wykorzystano 10 próbek w kształcie cylindrów z każdej grupy ($n=10$), które ustawiono prostopadle do siły działania urządzenia. Pomiarów dokonano za pomocą uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej (Axial-Torsion 8850, Instron, USA), a obciążenie wynosiło 0.5mm/min. Próbki badano w najdłuższym ich wymiarze $h=10$ mm przy ściskaniu aż do zmiżdżenia. Ze względu na bardzo duże naprężenia działające na podstawy próbek podczas ściskania, co mogłoby spowodować plastyczne wgniecenie podstaw urządzenia i ich uszkodzenie, próbki ściskano pomiędzy płytkami z węgliku spiekane (**Rycina 10**). Zostało zarejestrowane maksymalne naprężenie jakie materiał może wytrzymać podczas ściskania aż do zniszczenia. Zostało ono skorygowane o sztywność układu, a następnie określono również moduł sprężystości przy ściskania (moduł Younga).



Rycina 10. Ułożenie układu do mierzenia wytrzymałości na ściskanie.

3.3.3. Ocena gęstości materiałów

Wykonano pomiar gęstości za pomocą metodą Archimedesesa, zgodnie z którym ciężar ciała zanurzonego w cieczy jest równy różnicy ciężarowi ciała w powietrzu i siły wyporu działającej na to ciało. Pomiary wykonano na wadze laboratoryjnej (ALZ60, AXIS, Poland), która zawiera odpowiedni zestaw do oznaczania gęstości z dokładnością 0.0001g (**Rycina 11**), zgodnie z normą ISO 1183-1 [86]. Do pomiarów wykorzystano po pięć próbek z danej grupy ($n=5$), które były pozostałością po teście wytrzymałości na zginanie. Pomiaru dokonano w temperaturze 23 °C, wykorzystując do tego następujący wzór:

$$d = \frac{m_p}{(m_p - m_w)} \cdot d_w + d_p$$

gdzie m_p to masa próbki w powietrzu, m_w to masa próbki w wodzie, d_w gęstość wody w 23 °C (0.99766 g/cm³), a d_p to gęstość powietrza.



Rycina 11. Ustawienie układu do mierzenia gęstości.

3.3.4. Ocena twardości materiałów

Po teście wytrzymałości na zginanie na pozostałych sztabkach wykonano pomiary mikrotwardości. W obu grupach wykonano pomiary każdej sztabki, w dwóch różnych miejscach ($n=20$). Pomiarów dokonano za pomocą uniwersalnego testera twardości (Wilson UH930, Buehler, Germany) dokonując wgniecenia z siłą 490.4N przez 10 sekund podczas badania twardości HV50 (Rycina 12). Następnie mierzono przekątne powstałego odcisku (Rycina 13) i po wprowadzeniu danych do systemu na podstawie powierzchni powstałego przekroju wyliczono twardość dla danej próbki.



Rycina 12. Ustawienie układu do mierzenia twardości wg Vickersa.



Rycina 13. Przekrój wgniecenia wykonanego przez twardościomierz.

3.4. Metody pomiaru właściwości powierzchniowych tlenku cyrkonu

Do badania struktury geometrycznej użyto 20 próbek w kształcie sztabek z obu grup, po 10 z danej grupy ($n=10$). Próbek nie poddano żadnej obróbce, aby ocenić jak wygląda ich powierzchnia bezpośrednio po procesie synteryzacji. W próbkach wykonanych metodą ubytkową sprawdzano parametry powierzchniowe na gładkich powierzchniach, omijając powierzchnie, w których próbki miały styk z krążkiem utrzymującym je w uchwycie frezarki. W próbkach druku 3D nie było takiej konieczności, gdyż powierzchnie były od początku gładkie. Przed próbami wytrzymałościowymi wykonano pierwszy pomiar, a następnie powtórzono go na pękniętych na pół sztabkach po trójpunktowym teście zginania.

3.4.1. Ocena chropowatości materiałów

Do oceny struktury geometrycznej powierzchni próbek zastosowano nowoczesny mikroskop pomiarowy DCM8 firmy Leica Microsystems. Mikroskop wyposażony jest w podstawę antywibracyjną, obrotowy stolik i głowicę rewolwerową z obiektywami (**Rycina 14**). Mikroskop może pracować w trybie profilometru oraz mikroskopii optycznej. Możliwe do wykorzystania tryby pracy to konfokalny, interferometryczny i zmiennej ostrości. Mikroskop pracuje z oświetleniem o dowolnej konfiguracji koloru. Zmierzono w 5 punktach próbki w kształcie sztabek zarówno z grupy AM ($n=5$) jak i SM ($n=5$). W celu uniknięcia refleksów wynikających ze struktury zewnętrznej próbek, wykorzystano tryb interferometryczny. Zgodnie z normą ISO 25178 [87] oszacowano parametry przedstawione w **Tabeli 1**. Pomiar w trybie interferometrycznym wykonano wykorzystując dedykowany obiektyw HC PL FLUOTAR 10x/0.30 3,57 Mirau.



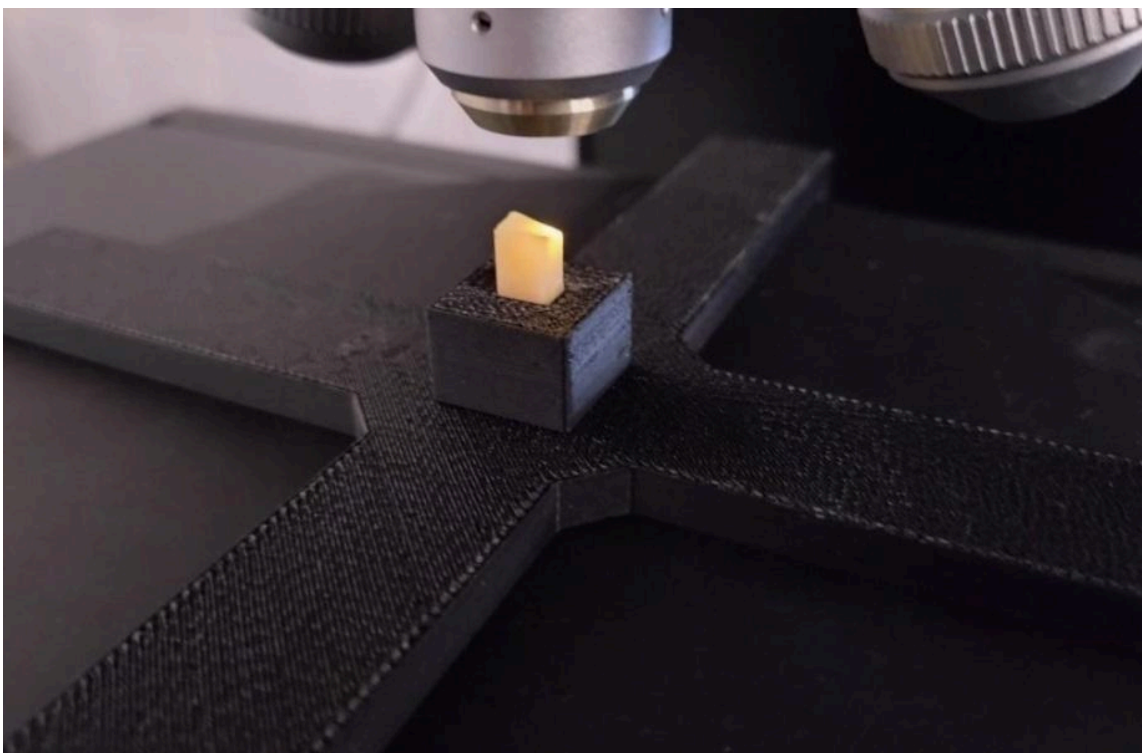
Rycina 14. Pomiar SGP powierzchni próbki w pobliżu przelomu.

Tabela 1. Oszacowane w badaniu parametry powierzchniowe.

Sq	Skośność rozkładu wysokości (Root-mean-square height)	$Sq = \sqrt{\frac{1}{A} \iint_A z^2(x, y) dx dy}$
Ssk	Skośność (Skewness)	Skośność rozkładu wysokości $Ssk = \frac{1}{Sq^3} \left[\frac{1}{A} \iint_A z^3(x, y) dx dy \right]$
Sku	Kurtoza (Kurtosis)	Kurtoza rozkładu wysokości $Sku = \frac{1}{Sq^4} \left[\frac{1}{A} \iint_A z^4(x, y) dx dy \right]$
Sp	Maksymalna wysokość wzniesienia (Maximum peak height)	Wysokość pomiędzy najwyższym wzniesieniem a średnią płaszczyzną
Sv	Maksymalna głębokość zagłębienia (Maximum pit depth)	Głębokość pomiędzy średnią płaszczyzną a najgłębszym zagłębieniem
Sz	Maksymalna wysokość (Maximum height)	Wysokość pomiędzy najwyższym wzniesieniem a najgłębszym zagłębieniem
Sa	Średnia arytmetyczna wysokość (Arithmetic mean height)	Średnia chropowatość powierzchni $Sa = \frac{1}{A} \int_A z(x, y) dx dy$

3.4.2. Ocena wizualna propagacji pęknięć

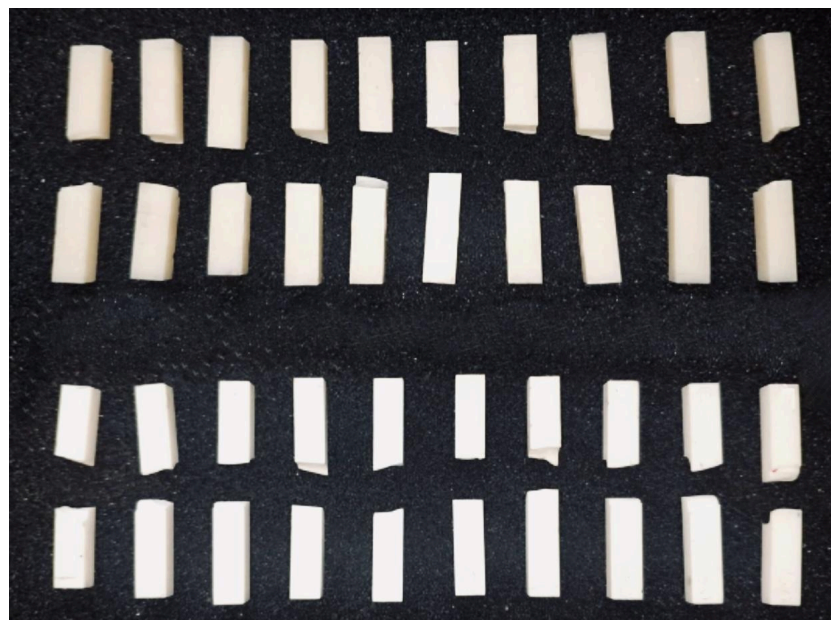
W celu analizy wizualnej propagacji i postaci pęknięć wewnątrz materiału wykonano pomiar przełomu dla wybranych próbek po frezowaniu i spiekaniu (AM). Postacie przełomów nie różnią się znacznie. Jednak przełomy po pęknięciu próbek wykonanych dwiema porównywanymi metodami są na tyle nieregularne, że nie określono dla nich parametrów liczbowych np. S_v , S_a , czy S_q . Obrazowanie przełomów wykonano w trybie zmiennej ostrości, dedykowanym obiektywem N PLAN L 20X 0.40 10.8. (**Rycina 15**), światłem białym.



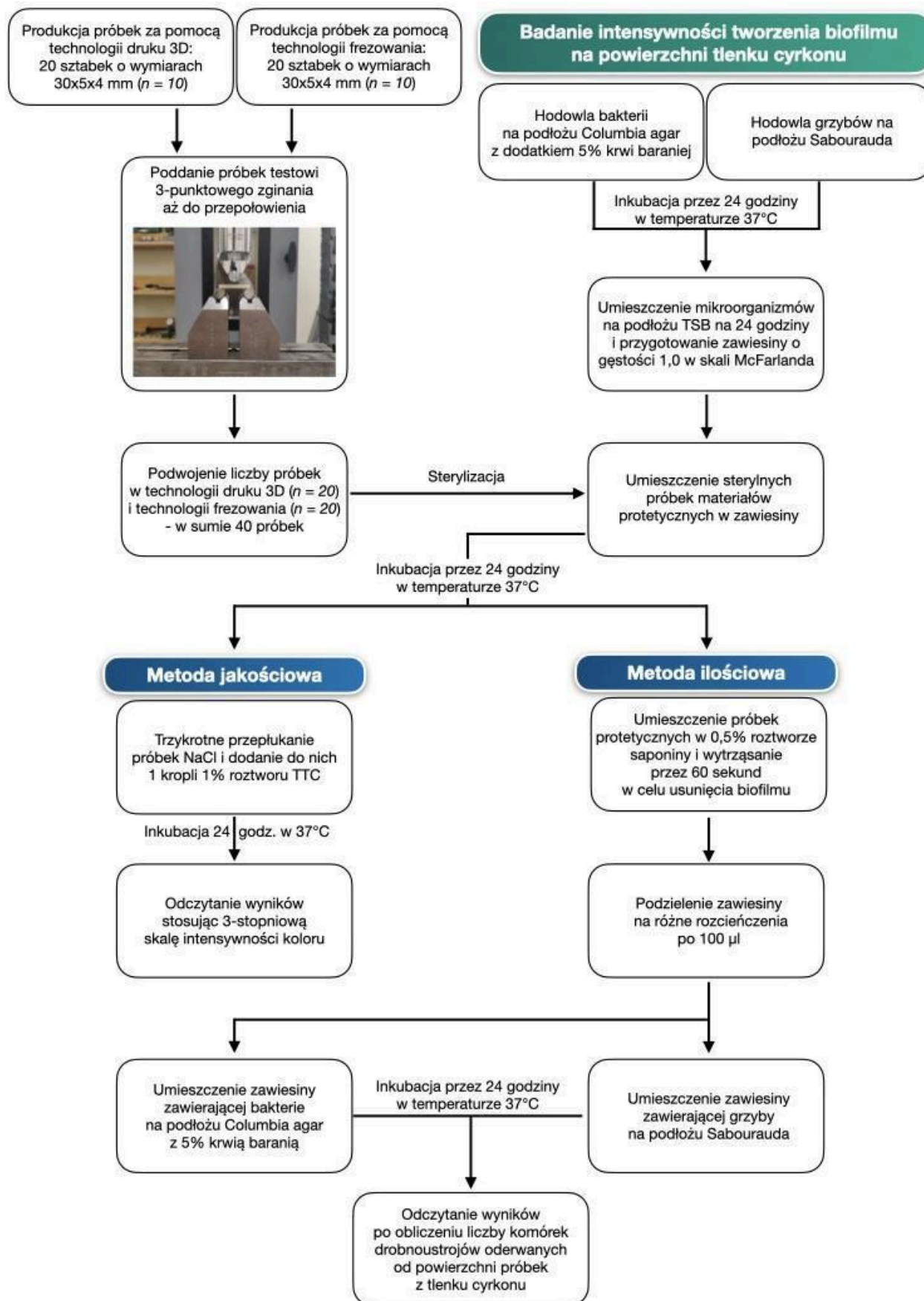
Rycina 15. Obrazowanie powierzchni próbki w przełomie. Uchwyt dla powtarzalności pomiarów wydrukowano na drukarce 3D.

3.5. Metody pomiaru intensywności wytwarzania biofilmu przez drobnoustroje jamy ustnej na powierzchni tlenku cyrkonu

Próbki w kształcie sztabek podczas testowania wytrzymałości na zginanie uległy pęknięciu (**Rycina 16**), co podzieliło każdą z nich na dwie części, zwiększając liczbę dla danej technologii dwukrotnie ($n=20$). Powstałe części zostały wykorzystane do sprawdzenia wpływu obu ceramik na rozprzestrzeniania się mikroorganizmów bytujących w jamie ustnej. Do badania intensywności tworzenia się biofilmu bakteryjnego i grzybiczego na powierzchni próbek tlenku cyrkonu wykorzystano 5 szczepów referencyjnych: *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, *Streptococcus mutans* ATCC 35668 oraz *Candida albicans* ATCC 10231. Do hodowli bakterii używano podłoża Columbia agar z dodatkiem 5% krwi baraniej (bioMérieux, Warszawa, Polska), natomiast do hodowli drożdży podłoża Sabouraud (bioMérieux, Warszawa, Polska). Inkubację prowadzono w temperaturze 37°C przez 24 godz. w warunkach tlenowych. Następnie wykonano metodę jakościową i ilościową, aby określić intensywność wytwarzania biofilmu na próbkach z tlenku cyrkonu. Metodologię badania mikrobiologicznego przedstawiono na **Rycinie 17**.



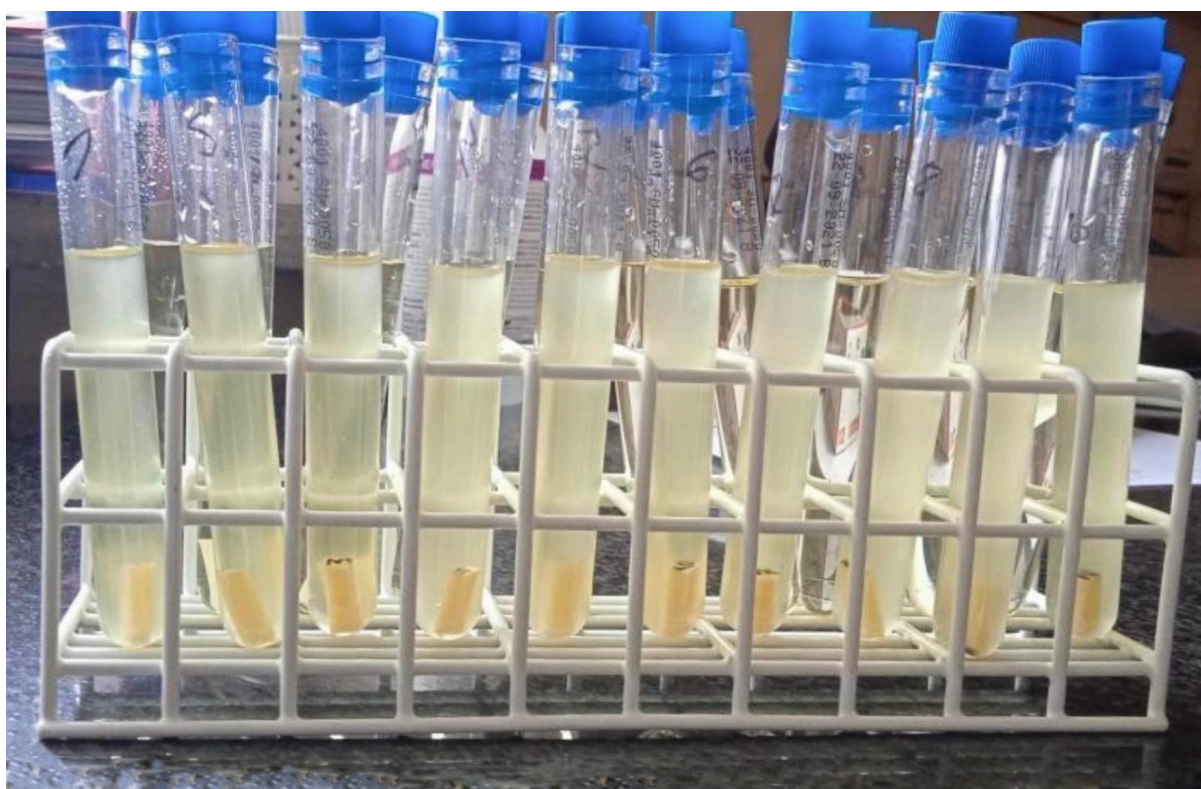
Rycina 16. Próbki z tlenku cyrkonu po przepołowieniu
- grupa SM (góra) i grupa AM (dół).



Rycina 17. Metodologia badań mikrobiologicznych.

3.5.1. Metoda jakościowa

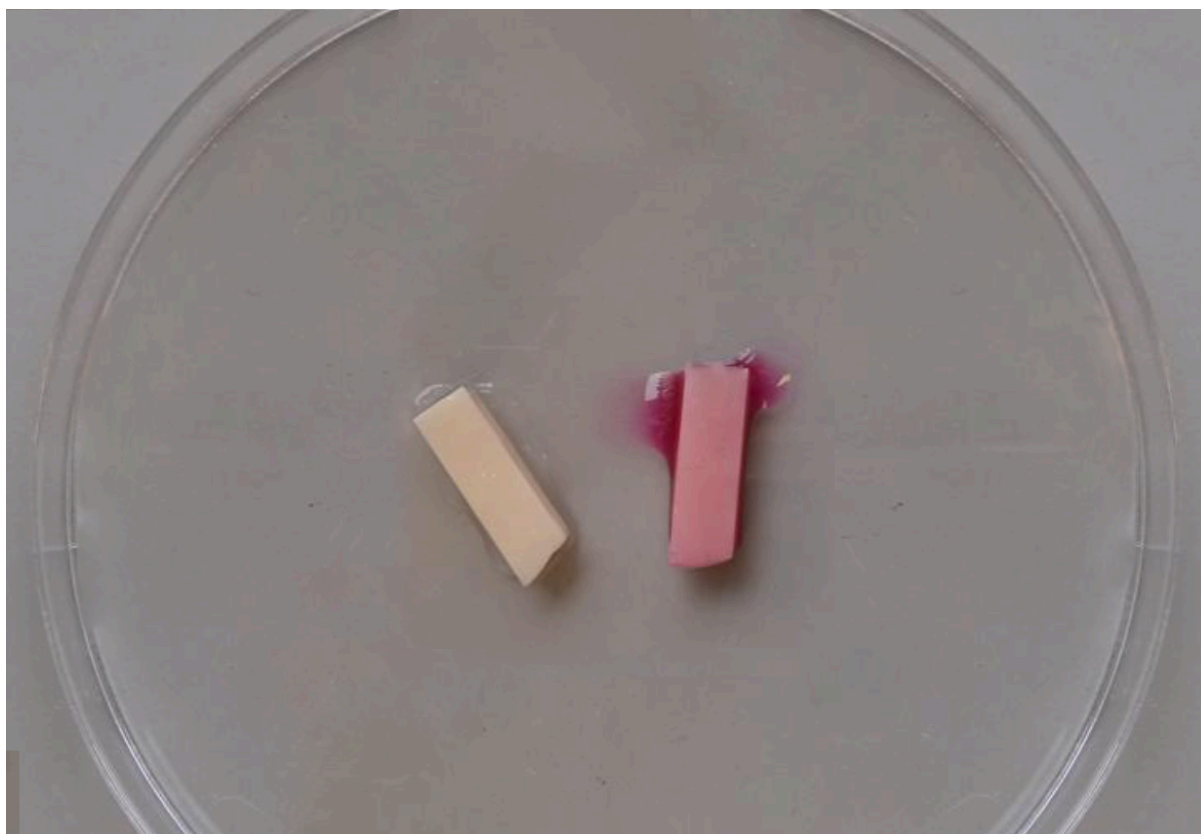
Badanie tworzenia biofilmu bakteryjnego i grzybiczego na powierzchni próbek materiału z tlenku cyrkonu oszacowano zmodyfikowaną metodą jakościową [88] - Richardsa (**Rycina 18**). Z 24-godzinnej hodowli prowadzonej na podłożu TSB (TrypticSoyBroth) przygotowywano zawiesinę o gęstości 1,0 w skali McFarlanda, a następnie umieszczano w niej jałowe próbki materiałów protetycznych. Po 24-godzinnej inkubacji w temp. 37°C próbki trzykrotnie płukano NaCl i dodawano do nich 1 kroplę 1% roztworu chlorku 2,3,5-trifenylo-tetrazaliowego (TTC). Próbki ponownie poddano 24-godzinnej inkubacji w temperaturze 37°C. Wszystkie testy zostały przeprowadzone w trzech powtórzeniach. Odczytu wyników dokonano posługując się trzystopniową skalą intensywności zabarwienia.



Rycina 18. Analiza wytwarzania biofilmu z wykorzystaniem szczepu *C. albicans* - metoda jakościowa.

3.5.2. Metoda ilościowa

Badanie tworzenia biofilmu bakteryjnego i grzybiczego na powierzchni próbek materiału z tlenku cyrkonu metodą ilościową [89] oznaczono wg Mączyńskiej i wsp. (**Rycina 19**). Zawiesinę o gęstości 1,0 w skali McFarlanda przygotowano w ten sam sposób jak w metodzie jakościowej, następnie umieszczano w niej badane materiały i inkubowano 24 godziny w temperaturze 37°C. Następnie umieszczono próbki w 0,5% roztworze saponiny i wytrząsano przez 60 sekund w celu oderwania komórek biofilmu. Uzyskaną w ten sposób zawiesinę wysiewano w kolejnych rozcieńczeniach, po 100 µl na podłoża Columbia agar z dodatkiem 5% krwi baraniej (bioMérieux, Warszawa, Polska) oraz podłożę Sabourauda i ponownie inkubowano przez 24 godziny w temp. 37°C. Wyniki odczytywano po obliczeniu ilości komórek mikroorganizmów oderwanych od powierzchni materiałów z tlenku cyrkonu.



Rycina 19. Analiza wytwarzania biofilmu z wykorzystaniem szczepu *C. albicans* - metoda ilościowa.

4. Wyniki badań

4.1. Wyniki przeglądu systematycznego z metaanalizą

4.1.1. Wyniki wyszukiwania

Strategia wyszukiwania zidentyfikowała 686 potencjalnych artykułów, w tym 243 z PubMed Central, 177 z Embase, 200 z Web Of Science i 66 z Scopus. Po usunięciu 284 duplikatów przeanalizowano 402 artykuły. Następnie wykluczono 325 artykułów, ponieważ nie spełniały kryteriów włączenia do badań. Z pozostałych 77 artykułów 58 zostało wykluczonych ze względu na brak związku z tematyką badania. Wykluczenie artykułów wynikało głównie z faktu, że dotyczyły one cyrkonu, ale nie pod względem jego właściwości użytkowych, temat nie był powiązany lub nie było wystarczających danych na temat parametrów mechanicznych tlenku cyrkonu drukowanego w 3D. Ostatecznie analizie jakościowej poddano 19 prac. Włączone badania były wyłącznie badaniami in vitro. Autorzy nie znaleźli żadnych klinicznych dowodów naukowych dotyczących omawianych zagadnień. Diagram przepływu PRISMA 2020 przedstawiający proces wyboru artykułów do badania przedstawiono na **Rycinie 1**. Główne cechy charakterystyczne każdego badania przedstawiono w **Tabeli 2**.

4.1.2. Ryzyko stroniczości

Ryzyko oceny stroniczości przedstawiono w poniższej **Tabeli 3**.

Tabela 2. Charakterystyka włączonych badań.

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
Abualsaud et al., 2022 [73]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 60 dysków ($14 \times 1.5 \pm 0.2$ mm): - 20 w orientacji poziomej, - 20 w orientacji pionowej, - 20 w orientacji skośnej <p>materiał: 3DMix ZrO₂ (3DCeram)</p> <p>drukarka: CERAMAKER C900 Flex, (3DCeram Sinto, France)</p>	<p>Wytwarzane subtraktywnie (SM) / frezowane:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 20 dysków ($14 \times 1.5 \pm 0.2$ mm) <p>materiał: ZirCAD LT (Ivoclar vivadent AG)</p> <p>frezarka: PrograMill PM7, (Ivoclar Vivadent AG)</p>	<p>Pomiar dwuosiowej wytrzymałości na zginanie (BFS).</p> <p>Pomiar mikrotwardości metodą Vickersa za pomocą wglębniaka Vickersa.</p>	<p>Wytrzymałość na zginanie: Dla każdej próbki rejestrowano obciążenie przy zerwaniu i obliczano BFS.</p> <p>Mikrotwardość: Obliczono średnią wartość twardości na próbkę, a następnie uśredniono, aby uzyskać grupową wartość twardości.</p>	<p>Wytrzymałość na zginanie:</p> <ul style="list-style-type: none"> – próbki w kształcie dysku wydrukowane w 3D: <ul style="list-style-type: none"> a) w orientacji poziomej: $1186,73 \pm 283,47$ MPa b) w orientacji pionowej: $521,51 \pm 88,76$ MPa c) w orientacji skośnej: $810,92 \pm 148,84$ MPa – próbki w kształcie krążków frezowanych: $1507,27 \pm 340,10$ MPa <p>Mikrotwardość:</p> <ul style="list-style-type: none"> – próbki w kształcie dysku wydrukowane w 3D: <ul style="list-style-type: none"> a) w orientacji poziomej: $1676,61 \pm 37,77$ VHN b) w orientacji pionowej: $1609,54 \pm 87,55$ VHN c) w orientacji skośnej: $1634,96 \pm 98,1$ VHN

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
						– próbki w kształcie krążków frezowanych: 1548,2 ± 62,32 VHN
Baysal et al., 2022 [74]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 11 dysków - 2 z nich dla badań powierzchniowych (fi10 × 2 mm) • 9 sztabek (25 × 4 × 1.2 mm) <p>materiał: 3DMix ZrO2</p> <p>drukarka: XJet, (Rehovot, Israel)</p>	<p>Wytwarzane subtraktywnie (SM) / frezowane:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 11 dysków - 2 z nich dla badań powierzchniowych (fi10 × 2 mm) • 9 sztabek (25 × 4 × 1.2 mm) <p>materiał: ZrO2 - Nacera Pearl</p> <p>frezarka: Doceram</p>	<p>Pomiar trzypunktowej wytrzymałości na zginanie (FS).</p> <p>Pomiar mikrotwardości Vickersa (Vh).</p> <p>Pomiar wytrzymałości wiązania na ścinanie (SBS).</p>	<p>Wytrzymałość na zginanie: Obliczono oczekiwaną wartość FS (σ w MPa) dla prostokątnej próbki pod obciążeniem w 3-punktowej próbie zginania.</p> <p>Mikrotwardość: Obliczono średnią wartość twardości.</p> <p>Wytrzymałość wiązania na ścinanie: Rejestrowano</p>	<p>Wytrzymałość na zginanie:</p> <ul style="list-style-type: none"> - AM: 1030,0 ± 29,2 MPa - M: 1287,5 ± 115,2 MPa <p>Mikrotwardość:</p> <ul style="list-style-type: none"> - AM: 1169,2 ± 48,4 kgf/mm² - M: 1501,4 ± 60,1 kgf/mm² <p>Wytrzymałość wiązania na ścinanie:</p> <ul style="list-style-type: none"> - AM: 19,9 ± 6,9 MPa - M: 17,7 ± 4,9 MPa

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
					wartości szczytowej siły (N) w momencie zniszczenia i dzielono je przez pole powierzchni, aby otrzymać wartości wytrzymałości wiązania (MPa).	
Bergler et al., 2022 [50]	Badanie eksperymentalne in vitro	Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D: • 30 sztabki (25 × 5 × 2 mm) materiał: LithaCon 3Y 230 (Lithoz) drukarka: nie zgłoszono	Wytwarzane subtraktywnie (SM) / frezowane: • 10 sztabki (25 × 5 × 2 mm) materiał: Prettau Zirconia (Zirkonzahn) frezarka: M1 (Zirkonzahn)	Pomiar wytrzymałości na zginanie metodą trzypunktowej próby zginania.	Do obliczenia wytrzymałości na zginanie wykorzystano obciążenie przy zerwaniu.	Wytrzymałość na zginanie: • sztabki cyrkonu wydrukowanego 3D: - nietraktowane próbki: 855.4 ± 112.6 MPa - próbki z cyklicznym obciążeniem: 888.4 ± 59.3 MPa - próbki poddane termocyklingowi: 789.6 ± 133.8 MPa • sztabki z frezowanego tlenku cyrkonu: 936.3 ± 255.0 MPa

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
Branco et al., 2021 [44]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D:</p> <ul style="list-style-type: none"> • sztabki (ilości nie zgłoszono) (15 × 15 × 4 mm) • kostki (ilości nie zgłoszono) (4 × 4 × 4 mm) <p>materiał: Zpex (Tosoh)</p> <p>drukarka: nie zgłoszono</p>	<p>Wytwarzane subtraktywnie (SM) / frezowane:</p> <ul style="list-style-type: none"> • sztabki (ilości nie zgłoszono) (15 × 15 × 4 mm) • kostki (ilości nie zgłoszono) (4 × 4 × 4 mm) <p>materiał: komercyjne bloki tlenku cyrkonu stabilizowane itrem</p> <p>frezarka: M5 (Zirkonzahn)</p>	Pomiar twardości i wytrzymałości.	<p>Twardość i wytrzymałość: Dla każdej próbki wykonano pięć nacięć w różnych miejscach.</p>	<p>Twardość:</p> <ul style="list-style-type: none"> - próbki tlenku cyrkonu (AM) wydrukowane w 3D: powierzchnia: ~ 1100 HV poprzeczne: ~ 1120 HV - próbki frezowanego tlenku cyrkonu (M): powierzchnia: ~ 1380 HV poprzeczne: ~ 1400 HV <p>Wytrzymałość:</p> <ul style="list-style-type: none"> - próbki tlenku cyrkonu (AM) wydrukowane w 3D: powierzchnia: ~ 3,95 MPa*m^{1/2} poprzeczne: ~ 3,6 MPa*m^{1/2} - próbki frezowanego tlenku cyrkonu (M): powierzchnia: ~ 5,5 MPa*m^{1/2} poprzeczne: ~ 4,3 MPa*m^{1/2}

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
Buj-Corral et al., 2021 [60]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D:</p> <ul style="list-style-type: none"> • kostki (ilości nie zgłoszono) 9 × 9 × 20 mm <p>materiał: tlenek cyrkonu (HSY3B, Daiichi Kigenso Kagaku Kogyo Co., Ltd., Hirabayashiminami, Japan) + dodatkowe substancje</p> <p>drukarka: AMFEED-PRINTER extruder (CIM-UPC, Barcelona, Spain)</p>	Brak grupy kontrolnej (-)	Pomiar naprężenia ściskającego.	Naprężenie ściskające: Maksymalne naprężenie ściskające uzyskane podczas ściskania definiuje się jako siłę przyłożoną do przedmiotu podzieloną przez pole przekroju poprzecznego obiektu. Zbadano trzy próbki na grupę.	<p>Naprężenie ściskające: Próbki tlenku cyrkonu wydrukowane w 3D:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) prędkość druku 3mm/s; wysokość warstwy 0,2 mm: 172 ± 86 MPa 2) prędkość druku 3mm/s; wysokość warstwy 0,4 mm: 134 ± 19 MPa 3) prędkość druku 7mm/s; wysokość warstwy 0,2 mm: 74 ± 55 MPa 4) prędkość druku 7mm/s; wysokość warstwy 0,4 mm: 60 ± 14 MPa

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
Jang et al., 2019 [75]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 10 sztabki (podzielone na sześć grup ze względu na udział objętościowy tlenku cyrkonu w zakresie 48–58% obj.) <p>materiał: TZ-3Y (Tosoh, Japan)</p> <p>drukarka: Octave Light R1, (Octave Light Ltd., Hong Kong)</p>	Brak grupy kontrolnej (-)	Pomiar wytrzymałości na zginanie metodą trzypunktowej próby zginania.	Wytrzymałość na zginanie: Rejestrowano wartość obciążenia, przy którym próbki pękły.	<p>Wytrzymałość na zginanie:</p> <ul style="list-style-type: none"> - grupa o udziale objętościowym 48% obj.: 94,25 ± 17,29 MPa (najniższa wytrzymałość), - grupa o udziale objętościowym 58% obj.: 674,74 ± 32,35 MPa (najwyższa wytrzymałość). <p>Najwyższy wskaźnik wzrostu siły pomiędzy grupami wyniósł 45,91% i zaobserwowano pomiędzy grupami 50% obj. i 52% obj.</p>

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
Li et al., 2019 [76]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D:</p> <ul style="list-style-type: none"> • kostki (ilości nie zgłoszono) (5 × 2.5 × 30 mm) • dyski (ilości nie zgłoszono) (fi12.5 × 2.5 mm) <p>materiał: zawiesina tlenku cyrkonu na bazie żywicy o zawartości części stałych 45% obj.</p> <p>drukarka: SLA-printer (CSL 150, Porimy)</p>	Brak grupy kontrolnej (-)	Pomiar wytrzymałości na zginanie wykonano za pomocą uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej.	Wytrzymałość na zginanie: Analizę rozkładu Weibulla przeprowadzono w oparciu o dane dotyczące wytrzymałości na zginanie (n = 22) w celu oceny niezawodności konstrukcji, uzyskując dwa parametry: charakterystyczną wytrzymałość Weibulla (σ) i moduł Weibulla (m).	<p>Wytrzymałość na zginanie spiekanelementu wynosiła 812 ± 128 MPa.</p> <p>Wytrzymałość charakterystyczna Weibulla wynosiła 866,7 MPa (95% przedział ufności [CI] 530,1 do 1415,2 MPa).</p> <p>Moduł Weibulla wyniósł 7,44 (95% CI 6,90 do 7,99).</p>

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
Ma et al., 2022 [77]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D: • 15 sztabek (20x4x2mm)</p> <p>materiał: zawiesina tlenku cyrkonu zawierająca 49% obj. cząstek Y-TZP i mieszanina światłoczułej żywicy akrylowej</p> <p>drukarka: SLA printer (CSL-100; PORIMY Co., Kunshan, China).</p>	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D: • 15 sztabek (20x4x2mm) - dla każdej grupy z tym samym materiałem co grupa badawcza, ale o różnej wielkości porów i porowatości: 1) wielkość porów 400 μm i porowatość 50%. 2) wielkość porów 400 μm i porowatość 30%. 3) wielkość porów 200 μm i porowatość 50%.</p>	Pomiar wytrzymałości na zginanie metodą trzypunktowej próby zginania.	<p>Wytrzymałość na zginanie: Niezawodność strukturalną każdej grupy oceniano za pomocą analizy rozkładu Weibulla danych dotyczących wytrzymałości na zginanie. Moduł Weibulla (m) i wytrzymałość charakterystyczną (σ) obliczono w oprogramowaniu z 95% przedziałem ufności.</p>	<p>Grupa badawcza (nieporowata): - wytrzymałość na zginanie: 1039,76 \pm 107,98 MPa - wytrzymałość właściwa: 1084,4 MPa - moduł Weibulla (m): 12,82</p> <p>Wszystkie pięć grup o powierzchni porowatej miało znacznie niższą wytrzymałość na zginanie niż grupa nieporowata (badawcza) ($p < 0,001$).</p>

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
			4) wielkość porów 200 μm i porowatość 30%. 5) wielkość porów 100 μm i porowatość 30%.			
Miura et al., 2022 [47]	Badanie eksperymentalne in vitro	Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D: • sztabek (ilości nie zgłoszono) (1.2 × 4 × 25 mm) • sztabek (ilości nie zgłoszono) (10 × 10 × 3 mm) - w kierunku równoległym, - w kierunku ukośnym, - w kierunku prostopadłym	Brak grupy kontrolnej (-)	Pomiar trzypunktowej wytrzymałości na zginanie. Pomiar twardości Vickersa (Vh) i odporności na pękanie. Pomiar modułu sprężystości i współczynnika Poissona – czteropunktowa próba zginania.	Wytrzymałość na zginanie: Rejestrowano wartość obciążenia, przy którym próbki pękły. Twardość Vickersa i odporność na pękanie: Zmierzono długości pęknięć i obliczono odporność na pękanie.	Wytrzymałość na zginanie – kierunek: równoległe: 497,11 MPa ukośnie: 847,80 MPa prostopadle: 1003,37 MPa Twardość Vickersa (Vh) - kierunek: równoległe: 1311,61 VHN ukośnie: 1257,78 VHN prostopadle: 1300,30 VHN Odporność na pękanie - kierunek: równoległe: 5,19 MPAm ^{1/2} ukośnie: 4,99 MPAm ^{1/2} prostopadle: 5,04 MPAm ^{1/2}

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
		<p>materiał: 3DMix ZrO2 (3DCeram)</p> <p>drukarka: CeraMaker 900 (3DCeram)</p>			<p>Moduł sprężystości i współczynnik Poissona: Moduł sprężystości obliczono na podstawie nachylenia otrzymanej krzywej naprężenie-odkształcenie, a współczynnik Poissona obliczono ze stosunku odkształcenia zginającego do odkształcenia bocznego.</p>	<p>Moduł sprężystości - kierunek: równoległe: 173,33 (\pm 4,51) ukośnie: 179,67 (\pm 2,31) prostopadły:</p> <p>a) poziomo do etapu budowy: 187,33 (\pm 2,52) b) prostopadle do etapu budowy: 187,67 (\pm 3,06)</p> <p>Współczynnik Poissona – kierunek: równoległe: 0,33 (\pm 0,01) ukośnie: 0,32 (\pm 0,01) prostopadły:</p> <p>a) poziomo do etapu budowy: 0,32 (\pm 0,01) b) prostopadle do etapu budowy: 0,33 (\pm 0,01)</p>

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
Nakai et al., 2021 [51]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D:</p> <ul style="list-style-type: none"> • sztabki (14/15 na grupę) (12 × 12 × 1.2 mm) <p>- grupa 1: 14 sztabek*</p> <p>materiał: LithaCon 3Y 230 (Lithoz) w orientacji równoległej</p> <p>drukarka: nie zgłoszono</p> <p>- grupa 2: 15 sztabek*</p> <p>materiał: 3D Mix zirconia (3DCeram</p>	<p>Wytwarzane subtraktywnie (SM) / frezowane:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 15 sztabki (12 x 12 x 1.2mm) <p>materiał: LAVA Plus (3M Oral Care)</p> <p>frezarka: nie zgłoszono</p>	Pomiar dwuosiowej wytrzymałości na zginanie tłokiem w układzie trójkulowym.	Wyniki wytrzymałości na zginanie poddano analizie statystycznej za pomocą analizy Weibulla. Parametry Weibulla obliczono poprzez estymację największej wiarygodności.	<p>Próbki AM:</p> <p>a)Lithacon 3Y 230:</p> <ul style="list-style-type: none"> - wytrzymałość na zginanie: 881.96 ± 123.51 MPa* - moduł Weibulla (m): 8.1 - skala Weibulla (B.63.2): 934.8 <p>b)3D Mix Zirconia:</p> <ul style="list-style-type: none"> - wytrzymałość na zginanie: 1034.67 ± 87.76 MPa* - moduł Weibulla (m): 16.3 - skala Weibulla (B.63.2): 1071.1 <p>c)3D Mix ATZ:</p> <ul style="list-style-type: none"> - wytrzymałość na zginanie: 1059.53 ± 115.61 MPa* - moduł Weibulla (m): 11.1 - skala Weibulla (B.63.2): 1108.8 <p>Próbki SM:</p> <p>a)LAVA Plus:</p> <ul style="list-style-type: none"> - wytrzymałość na zginanie: 970.71 ± 83.25 MPa*

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
		<p>Sinto) w orientacji prostopadłej</p> <p>drukarka: nie zgłoszono</p> <p>- grupa 3: 15 sztabek*</p> <p>materiał: 3D Mix ATZ - tlenek cyrkonu wzmocniony tlenkiem glinu (3DCeram Sinto) w orientacji prostopadłej</p> <p>drukarka: nie zgłoszono</p>				<p>- moduł Weibulla (m): 13.4</p> <p>- skala Weibulla (B.63.2): 1007.0</p>

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
Osman et al., 2017 [78]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D:</p> <ul style="list-style-type: none"> • dyski (14/15 na grupę) <p>($\phi 15 \pm 0.12$ mm \times 1.2 ± 0.02 mm)</p> <ul style="list-style-type: none"> - 15 dysków drukowanych pionowo, - 14 dysków drukowanych ukośnie, - 15 dysków drukowanych poziomo. <p>materiał: TZ-3YS-E (materiał dentystyczny na bazie tlenku cyrkonu stabilizowany itrem)</p>	Brak grupy kontrolnej (-)	Pomiar próby dwuosiowej wytrzymałości na zginanie.	Przeprowadzono analizę wytrzymałości na zginanie, wytrzymałości charakterystycznej i modułów Weibulla.	<p>Próbki drukowane pionowo:</p> <ul style="list-style-type: none"> - wytrzymałość na zginanie: $943,26 \pm 152,75$ - wytrzymałość właściwa: 1006.654 - moduł Weibulla: 7,032 <p>Próbki drukowane ukośnie:</p> <ul style="list-style-type: none"> - wytrzymałość na zginanie: $822,35 \pm 172,71$ - wytrzymałość właściwa: 892.260 - moduł Weibulla: 5,266 <p>Próbki drukowane poziomo:</p> <ul style="list-style-type: none"> - wytrzymałość na zginanie: $834,47 \pm 72,81$ - wytrzymałość właściwa: 866.722 - moduł Weibulla: 13,125

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
		zmieszany z żywicą fotoutwardzalną drukarka: DLP printer (ADMAFLEX 2.0; ADMATEC Europe BV, The Netherlands)				
Revilla-León et al., 2022 [52]	Badanie eksperymentalne in vitro	Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D: • 20 sztabki (25 × 4 × 2 mm) materiał: LithaCon 3Y 210 (Lithoz, Wiena, Austria) drukarka: CeraFab System S65	Wytwarzane subtraktywnie (SM) / frezowane: • 20 sztabki (25 × 4 × 2 mm) materiał: 3Y-TZP zirconia - Priti multidisc ZrO2 monochrome (Pritidenta, Echterdingen, Germany)	Pomiar wytrzymałości na zginanie wszystkich próbek za pomocą 3-punktowego testu zginania.	Obliczono wytrzymałość na zginanie oraz dwuparametrowe wartości rozkładu Weibulla.	Sztabki cyrkonu drukowanego w 3D (AM): - wytrzymałość na zginanie: 1518,9 ± 253,9 MPa - moduł Weibulla (m): 6,950 - skala Weibulla: 1623 Sztabki frezowanego tlenku cyrkonu (M): - wytrzymałość na zginanie: 980,5 ± 130,3 MPa - moduł Weibulla (m): 11,49 - skala Weibulla: 1029

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
		Medical (Lithoz, Viena, Austria)	frezarka: DGShape DWX 52DCi (Roland, Los Angeles, CA, USA)			
Revilla-León et al., 2021 [61]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 20 sztabki (25 × 4 × 1.2 mm) - 10 niepostarzane, - 10 postarzane (po symulacji żucia) <p>materiał: zawieszina 3DMix ZrO₂ (3DCeram) zmieszany z płynną żywicą światłoczułą</p> <p>drukarka: CeraMaker 900 (3DCeram)</p>	<p>Wytwarzane subtraktywnie (SM/CNC) / frezowane:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 20 sztabki (25 × 4 × 1.2 mm) - 10 niepostarzane, - 10 postarzane (po symulacji żucia) <p>materiał: tlenek cyrkonu IPS e.max ZirCAD (Ivoclar Vivadent AG)</p> <p>maszyna do cięcia: Isomet VR1000 Precision Saw (Buehler)</p>	<p>Pomiar odporności na pękanie: Trzypunktowa wytrzymałość na pękanie grup CNC i AM.</p> <p>Pomiar dla wszystkich próbek wykonano za pomocą 3-punktowej próby zginania.</p>	<p>Odporność na pękanie: Rejestrowano obciążenie w momencie zniszczenia.</p> <p>Wytrzymałość na zginanie: Obliczana na podstawie wymiarów próbki.</p>	<p>Odporność na pękanie (F_{max}, N):</p> <ul style="list-style-type: none"> • AM: <ul style="list-style-type: none"> - niepostarzane: 634.52 ± 78.34 - postarzane: 562.25 ± 78.48 • CNC: <ul style="list-style-type: none"> - niepostarzane: 1829.50 ± 136.25 - postarzane: 1145.12 ± 86.33 <p>Wytrzymałość na zginanie (MPa):</p> <ul style="list-style-type: none"> • AM: <ul style="list-style-type: none"> - niepostarzane: 320.32 ± 40.55 - postarzane:

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
						281.12 ± 39.24 • CNC: - niepostarzone: 914.75 ± 68.12 - postarzone: 572.60 ± 43.15
Ucar et al., 2019 [79]	Badanie eksperymentalne in vitro	Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D: • dyski (10 na grupę) (fi16 x 1.2 mm) materiał: LithaLox HP 500 - materiał z tlenku glinu o wysokiej czystości (Lithoz) drukarka: CeraFab 7500 (Lithoz)	Wytwarzane subtraktywnie (SM) / frezowane: • dyski (10 na grupę) (fi16 x 1.2 mm) materiał: bloki z tlenku cyrkonu (ZirkonZahn) frezarka: Yenadent D 43 (Turkuaz Dental, Izmir, Turkey)	Pomiar próby dwuosiovej wytrzymałości na zginanie. Pomiar twardości: Odciski wykonano przy użyciu twardościomierza Vickersa.	Wytrzymałość szczytowa: Rejestrowano obciążenie szczytowe i obliczano dwuosiową wytrzymałość na zginanie. Odporność na pękanie: Po dwuosiowym badaniu zginania przeprowadzono analizę fraktograficzną	Siła w szczycie: - In-Ceram Alumina (ICA): 147 ± 43 MPa - LCM Alumina: 490 ± 44 MPa - ZirkonZahn: 709 ± 94 MPa Odporność na pękanie: - In-Ceram Alumina (ICA): 2.0 ± 0.4 MPam ^{1/2} - LCM Alumina: 6.5 ± 1.5 MPam ^{1/2} - ZirkonZahn: 7.7 ± 1.0 MPam ^{1/2} Twardość (VHN): - In-Ceram Alumina (ICA): 850 ± 41

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
			<p>Technologia prasowania na sucho: dyski (10 na grupę) (fi16 x 1.2 mm)</p> <p>materiał: In-Ceram alumina [ICA]</p>		<p>w celu obliczenia odporności na pękanie.</p> <p>Twardość: Wyniki podano jako wartości twardości Vickersa (VHN).</p>	<p>- LCM Alumina: 1581 ± 144 - ZirkonZahn: 1249 ± 57</p>
Wang et al., 2022 [80]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D:</p> <ul style="list-style-type: none"> • sztabki (ilości nie zgłoszono) ($27.26 \pm 0.09 \times 2.43 \pm 0.04 \times 1.70$ mm) <p>materiał: ZrO₂ (55% wag. modyfikowanego proszku ZrO₂)</p>	Brak grupy kontrolnej (-)	Pomiar próby zginania trójpunktowego.	<p>Test mechaniczny kończono w przypadku, gdy próbka uległa uszkodzeniu, a uzyskane maksymalne obciążenie wykorzystano do obliczenia wytrzymałości na zginanie (σ) i modułu sprężystości (E_f).</p>	<p>Przy obciążeniu równoległym:</p> <ul style="list-style-type: none"> - wytrzymałość na zginanie: $56,63 \pm 3,97$ MPa - moduł sprężystości: $199,15 \pm 12,51$ GPa <p>Przy obciążeniu pionowym:</p> <ul style="list-style-type: none"> - wytrzymałość na zginanie: $70,98 \pm 6,62$ MPa - moduł sprężystości: $205,07 \pm 16,88$ GPa

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
		drukarka: DLP 3D printer AUTOCERA-M (Beijing TenDimensions Technology Co., Ltd. Beijing, China)				
Zandinejad et al., 2022 [81]	Badanie eksperymentalne in vitro	Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D: • sztabki (20 na grupę) (25 × 4 × 3 mm) - 0%-porowatość (AMZ0), - 20%-porowatość (AMZ20), - 40%-porowatość (AMZ40) materiał: zawiesina 3DMix ZrO2 (3DCeram Co.)	Wytwarzane subtraktywnie (SM) / frezowane: • 20 sztabek (25 × 4 × 3 mm) materiał: ArgenZ ST (Argen Co) frezarka: nie zgłoszono	Pomiar prób zginania trójpunktowego dla wszystkich grup. Obciążenie w momencie zniszczenia rejestrowano jako obciążenie niszczące (N).	Wytrzymałość na zginanie obliczono na podstawie wymiarów próbki. Przyjęto moduł Weibulla (m). Moduł sprężystości (MPa), oznaczony jako E_f , oblicza się za pomocą specjalnego równania.	Wytrzymałość na zginanie: • próbki drukowane 3D (AM): - 0%-porowatość (AMZ0): 755.1 ± 147.1 MPa - 20%-porowatość (AMZ20): 396.2 ± 126.7 MPa - 40%-porowatość (AMZ40): 48.09 ± 8.95 MPa • próbki wytwarzane subtraktywnie (SM): 562.3 ± 82.1 MPa Moduł sprężystości: • próbki drukowane 3D (AM): - 0%-porowatość (AMZ0): 41273 ± 2193 MPa

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
		drukarka: CeraMaker 900 (3DCeram Co.)				<ul style="list-style-type: none"> - 20%-porowatość (AMZ20): 31361 ± 8083 MPa - 40%-porowatość (AMZ40): 7177 ± 506 MPa • próbki wytwarzane subtraktywnie (SM): 39125 ± 1170 MPa Moduł Weibulla: • próbki drukowane 3D (AM): - 0%-porowatość (AMZ0): 6.1 - 20%-porowatość (AMZ20): 4.4 - 40%-porowatość (AMZ40): 6.1 • próbki wytwarzane subtraktywnie (SM): 8.1

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
Zandinejad et al., 2019 [82]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 10 koron <p>materiał: zawiesina 3DMix ZrO2 (3DCeram Co.)</p> <p>drukarka: CeraMaker 900 (3DCeram Co.)</p>	<p>Wytwarzane subtraktywnie (SM) / frezowane:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 10 koron <p>- grupa 1:</p> <p>materiał: tlenek cyrkonu Lava Plus Zirconia W1 (3M Co., St. Paul, MN)</p> <p>frezarka: 5-osiowa frezarka</p> <p>- grupa 2:</p> <p>materiał: dwukrzemian litu - IPS e.max CAD korona HT A1 (Ivoclar Vivadent, Amherst, NY)</p>	<p>Pomiar odporności na pękanie:</p> <p>Wszystkie korony umieszczono na 30 wyfrezowanych filarach (zastępujących prawy drugi przedtrzonowiec), osadzono i dokręcono do analogu implantu. Każdą próbkę poddano statycznemu obciążeniu pionowemu przy użyciu uniwersalnej maszyny</p>	<p>Do obliczenia średnich i odchyłeń standardowych odporności na pękanie we wszystkich grupach wykorzystano oprogramowanie statystyczne.</p>	<p>Odporność na pękanie:</p> <ul style="list-style-type: none"> - korony frezowane z tlenku cyrkonu: 1292 ± 189 N - frezowane korony z dwukrzemianu litu: 1289 ± 142 N - korony cyrkonowe wytwarzane metodą addytywną: $1243,5 \pm 265,5$ N <p>Analiza statystyczna nie wykazała istotnych różnic w odporności na pękanie pomiędzy grupami ($p = 0,4$).</p>

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
			frezarka: 5-osiowa frezarka	wytrzymałościowej.		
Zenthöfer et al., 2022 [53]	Badanie eksperymentalne in vitro	<p>Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane 3D:</p> <ul style="list-style-type: none"> • dyski (ilości nie zgłoszono) <p>- grupa 1: spiekane jednoetapowo do pełnej gęstości -</p> <p>Grupa 2 (G2):</p> <p>materiał: LithaCon 3Y 230 (Lithoz)</p> <p>drukarka: CeraFab 7500 (Lithoz)</p> <p>- grupa 2: z infiltracją koloru w stanie częściowo</p>	<p>Wytwarzane subtraktywnie (SM) / frezowane -</p> <p>Grupa 1 (G1):</p> <ul style="list-style-type: none"> • dyski (ilości nie zgłoszono) <p>materiał: półfabrykaty 3Y-TZP - e.max ZirCAD LT A3 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)</p> <p>frezarka: Programill PM7 (Ivoclar Vivadent)</p>	<p>Pomiar odporności na pękanie P poprzez obciążenie ich w uniwersalnym urządzeniu badawczym.</p>	<p>Obliczono wytrzymałość na zginanie.</p> <p>Dodatkowo na podstawie wykrytych wytrzymałości na zginanie obliczono parametry Weibulla (wytrzymałość właściwa σ_0, moduł Weibulla m).</p>	<p>Wytrzymałość na zginanie:</p> <p>G1: 1462 ± 105 MPa G2: 1369 ± 280 MPa G3: 1197 ± 317 MPa</p> <p>Wytrzymałość właściwa:</p> <p>- próbki wypolerowane zgodnie z ISO 6872:</p> <p>G1: 1511 MPa G2: 1492 MPa G3: 1337 MPa</p> <p>- próbki nieidealnie wypolerowane:</p> <p>G1: 1514 MPa G2: 1493 MPa G3: 1376 MPa</p> <p>Moduł Weibulla:</p> <p>- próbki wypolerowane zgodnie z ISO 6872:</p>

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
		spiekany – Grupa 3 (G3): materiał: LithaCon 3Y 230 (Lithoz) drukarka: CeraFab 7500 (Lithoz)				G1: 15,73 G2: 5.12 G3: 3,63 - próbki nieidealnie wypolerowane: G1: 14,54 G2: 4.11 G3: 5,47
Zhai i Sun, 2021 [54]	Badanie eksperymentalne in vitro	Wytwarzane addytywnie (AM) / drukowane w 3D: • 24 sztabki (23 × 4 × 1.5 mm) - grupa 1: materiał: zawiesina tlenku cyrkonu o zawartości części stałych powyżej 50% obj.	Wytwarzane subtraktywnie (SM / CNC) / frezowane: • 24 sztabki (23 × 4 × 1.5 mm) materiał: bloki ceramiczne z tlenku cyrkonu - ST (Upcera) frezarka: DWX-52DCi (Roland)	Pomiar wytrzymałości na zginanie próbek tlenku cyrkonu przeprowadzono metodą 3-punktowego testu zginania.	Rejestrowano obciążenie do zniszczenia próbek w N, a wytrzymałość na zginanie obliczono w MPa.	Wytrzymałość na zginanie: Grupa SLA (BLM-FTC-1) 4 różne czasy starzenia: - 0 godzin: 776,7 ± 77,0 MPa - 5 godzin: 1010,3 ± 46,6 MPa - 10 godzin: 913,1 ± 114,1 MPa - 15 godzin: 814,3 ± 58,4 MPa Grupa DLP (LithaCon 3Y 230) 4 różne czasy starzenia: - 0 godzin: 845,6 ± 183,5 MPa - 5 godzin: 783,3 ± 175,7 MPa - 10 godzin: 702,6 ± 219,5 MPa

Autor i rok publikacji	Typ artykułu	Materiał lub temat	Próbka lub grupa kontrolna	Metody	Pomiar wyniku	Wyniki
		(BLM-FTC-1; PORIMY) drukarka: system SLA - CSL150 (PORIMY) - grupa 2: materiał: LithaCon 3Y 230 D (Lithoz) drukarka: system DLP - Cerafab 7500 (Lithoz)				- 15 godzin: 833,4 ± 58,5 MPa Grupa CNC (ST) 4 różne czasy starzenia: - 0 godzin: 1273,3 ± 170,2 MPa - 5 godzin: 1304,0 ± 212,2 MPa - 10 godzin: 1364,7 ± 230,0 MPa - 15 godzin: 1270,4 ± 46,9 MPa
* - informacje nie zawarte w artykule, ale podane wśród danych przez autora artykułu						

Tabela 3. Ocena jakości badań in vitro według narzędzia oceny QUIN.

Kryterium Nr	Kryteria	Abualsaud et al., 2022 [73]	Baysal et al., 2022 [74]	Bergler et al., 2022 [50]	Branco et al., 2021 [44]	Buj-Corr al et al., 2021 [60]	Jang et al., 2019 [75]	Li et al., 2019 [76]	Ma et al., 2022 [77]	Miura et al., 2022 [47]
1	Jasne określenie celów	2	2	2	2	2	2	2	2	2
2	Szczegółowe wyjaśnienie obliczeń wielkości próby	2 – podwójna analiza	2	2	0	0	0	0	0	0
3	Szczegółowe wyjaśnienie techniki pobierania próbek	2	2	2	2	2	2	2	1	2
4	Szczegóły grupy porównawczej	2	2	2	2	2	2	2	2	2
5	Szczegółowe wyjaśnienie metodologii	2	2	2	2	2	2	2	2	2
6	Dane operatora	1	0	0	0	0	0	0	0	1
7	Randomizacja	0	0	2	0	0	0	0	0	0
8	Metoda pomiaru wyniku	2	2	2	2	2	2	2	2	2
9	Dane osoby oceniającej wynik	0	0	0	0	0	0	0	0	0
10	Metoda ślepej próby	1	0	0	0	0	0	0	0	0
11	Analiza statystyczna	2	2	2	2	2	2	2	2	2
12	Prezentacja wyników	2	2	2	2	2	2	2	2	2
13	Podsumowanie	Wysoki	Średni	Wysoki	Średni	Średni	Średni	Średni	Średni	Średni

Kryterium Nr	Kryteria	Nakai et al., 2021 [51]	Osman et al., 2017 [78]	Revilla-León et al., 2022 [52]	Revilla-León et al., 2021 [61]	Ucar et al., 2019 [79]	Wang et al., 2022 [80]	Zandinejad et al., 2022 [81]	Zandinejad et al., 2019 [82]	Zenthöfer et al., 2022 [53]	Zhai i Sun, 2021 [54]
1	Jasne określenie celów	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
2	Szczegółowe wyjaśnienie obliczeń wielkości próby	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3	Szczegółowe wyjaśnienie techniki pobierania próbek	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
4	Szczegóły grupy porównawczej	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
5	Szczegółowe wyjaśnienie metodologii	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
6	Dane operatora	0	2	1	1	0	0	0	0	1	0
7	Randomizacja	0	1	1	0	0	0	0	0	2	0
8	Metoda pomiaru wyniku	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
9	Dane osoby oceniającej wynik	0	1	1	1	0	0	0	0	1	0
10	Metoda ślepej próby	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
11	Analiza statystyczna	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
12	Prezentacja wyników	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
13	Podsumowanie	Średni	Wysoki	Średni	Średni	Średni	Średni	Średni	Średni	Średni	Średni

4.1.3. Metaanaliza

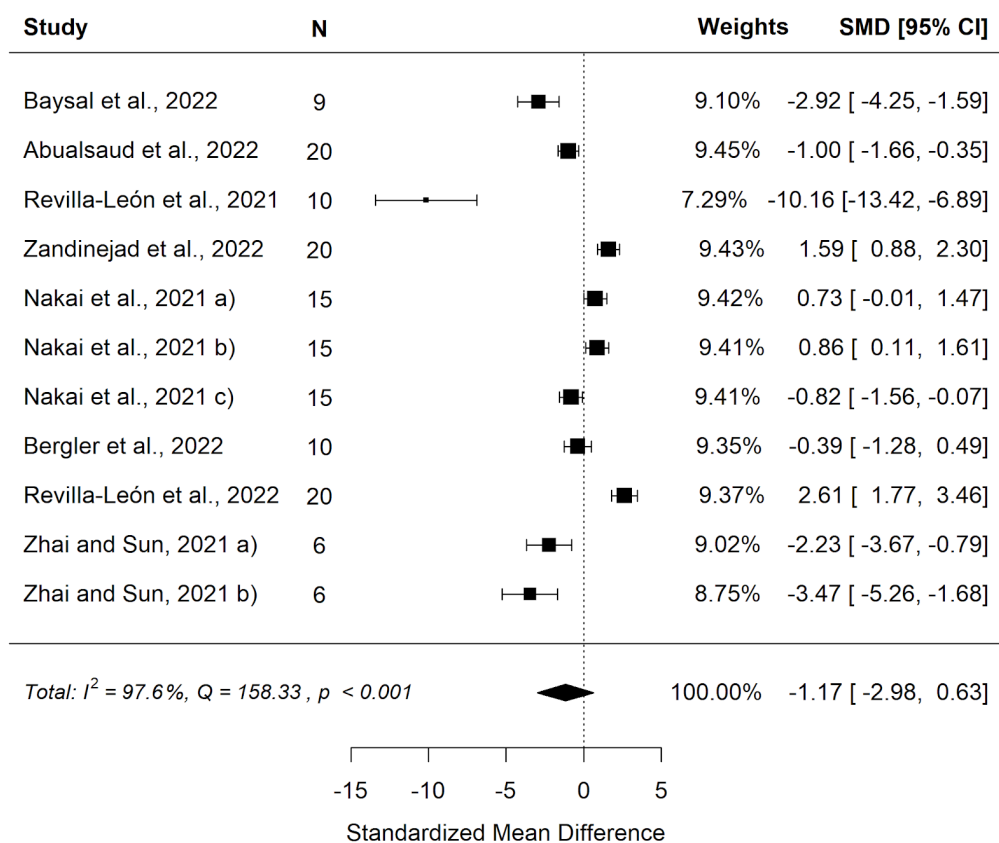
W pierwszej metaanalizie wzięto pod uwagę porównanie wytrzymałości na zginanie próbek wydrukowanych w 3D i próbek wyprodukowanych metodą produkcji subtraktywnej. Pominięto cztery artykuły [44,75,79,82], gdyż w ogóle nie wspomniano w nich o tej technologii. Następnie nie wzięto pod uwagę pięciu artykułów [47,75,76,78,80], gdyż nie posiadają one grupy kontrolnej – próbek wytworzonych w technice odejmowania, do których chcemy porównać nasze parametry. Jeden artykuł [77] został wykluczony, ponieważ pomimo istnienia grupy kontrolnej, w tej grupie nie znajdują się próbki w technice subtraktywnej, a jedynie próbki w technologii addytywnej (druk 3D), ale o innej porowatości niż próbki nieporowate. Kolejny artykuł [53] został pominięty, gdyż próbki poddano zbyt wielu zmiennym (polerowanie różnymi rodzajami materiałów, różne rodzaje spiekania), aby uwzględnić je w metaanalizie opisującej ściśle wytrzymałość na zginanie. Podsumowując, pierwsza metaanaliza obejmuje 8 artykułów (**Tabela 4**) z 19 wstępnie uwzględnionych w **Tabeli 2**, jeden artykuł [51] – trzykrotnie i jeden artykuł [54] – dwa razy. Jeden z artykułów [51] nie zawierał dokładnych danych na temat wytrzymałości na zginanie, których uwzględnienie pozwoliłoby zaliczyć artykuł do metaanalizy, dlatego skontaktowano się z jednym z autorów, dr Masanao Inokoshi, który dostarczył informacji potrzebnych do metaanalizy.

Tabela 4. Różnice w wytrzymałości na zginanie pomiędzy grupą, w której próbki wykonano metodą wytwarzania przyrostowego (AM) / druku 3D i grupą, w której próbki wykonano metodą subtraktywnego wytwarzania (SM) / frezowania.

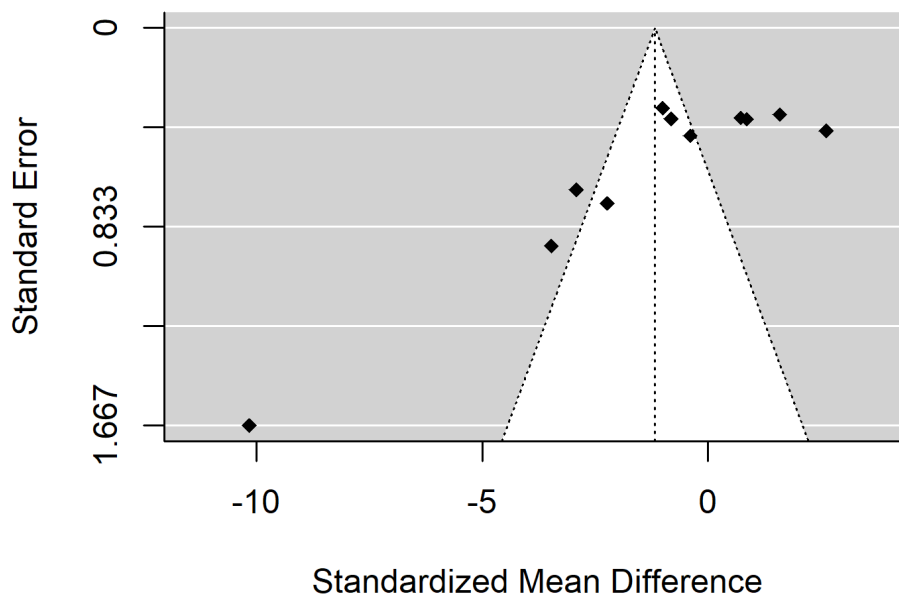
Autor i rok publikacji	Wytrzymałość na zginanie w grupie, w której próbki zostały wykonane metodą wytwarzania przyrostowego (AM) / druku 3D		Wytrzymałość na zginanie w grupie, w której próbki wykonano metodą wytwarzania subtraktywnego (SM) / frezowano	
	- Liczba i kształt, - Wymiary	Wartości w MPa	- Liczba i kształt, - Wymiary	Wartości w MPa
Baysal et al., 2022 [74]	- 9 sztabek - 25×4×1.2 mm	1030.0 ± 29.2 MPa	- 9 sztabek - 25×4×1.2 mm	1287.5 ± 115.2 MPa
Abualsaud et al., 2022 [73]	- 20 dysków (w orientacji poziomej) - 14×1.5 ± 0.2 mm	1186.73 ± 283.47 MPa	- 20 dysków - 14×1.5 ± 0.2 mm	1507.27 ± 340.10 MPa
Revilla-León et al., 2021 [61]	- 10 sztabek (niepostarzone) - 25×4×1.2 mm	320.32 ± 40.55 MPa	- 10 sztabek (niepostarzone) - 25×4×1.2 mm	914.75 ± 68.12 MPa
Zandinejad et al., 2022 [81]	- 20 sztabek (0%-porowatość) - 25×4×3 mm	755.1 ± 147.1 MPa	- 20 sztabek - 25×4×3 mm	562.3 ± 82.1 MPa
Nakai et al., 2021 [51]	- 15 sztabek (3D Mix Zirconia)* - 12×12×1.2 mm	1034.67 ± 87.76 MPa*	- 15 sztabek* - 12×12×1.2 mm	970.71 ± 83.25 MPa*
Nakai et al., 2021 [51]	- 15 sztabek (3D Mix ATZ)* - 12×12×1.2 mm	1059.53 ± 115.61 MPa*	- 15 sztabek* - 12×12×1.2 mm	970.71 ± 83.25 MPa*
Nakai et al., 2021 [51]	- 14 sztabek (Lithacon 3Y 230)* - 12×12×1.2 mm	881.96 ± 123.51 MPa*	- 15 sztabek* - 12×12×1.2 mm	970.71 ± 83.25 MPa*
Bergler et al., 2022 [50]	- 10 sztabek (nieotraktowane próbki) - 25×5×2 mm	855.4 ± 112.6 MPa	- 10 sztabek - 25×5×2 mm	936.3 ± 255.0 MPa

Autor i rok publikacji	Wytrzymałość na zginanie w grupie, w której próbki zostały wykonane metodą wytwarzania przyrostowego (AM) / druku 3D		Wytrzymałość na zginanie w grupie, w której próbki wykonano metodą wytwarzania subtraktywnego (SM) / frezowano	
	- Liczba i kształt, - Wymiary	Wartości w MPa	- Liczba i kształt, - Wymiary	Wartości w MPa
Revilla-León et al., 2022 [52]	- 20 sztabek - 25×4×2 mm	1518.9 ± 253.9 MPa	- 20 sztabek - 25×4×2 mm	980.5 ± 130.3 MPa
Zhai i Sun, 2021 [54]	- 6 sztabek (LithaCon 3Y 230) - 0 godzin - 23×4×1.5 mm	845.6 ± 183.5 MPa	- 6 sztabek (ST) - 0 godzin - 23×4×1.5 mm	1273.3 ± 170.2 MPa
Zhai i Sun, 2021 [54]	- 6 sztabek (BLM-FTC-1) - 0 godzin - 23×4×1.5 mm	776.7 ± 77.0 MPa	- 6 sztabek (ST) - 0 godzin - 23×4×1.5 mm	1273.3 ± 170.2 MPa
* - informacje nie zawarte w artykule, ale podane wśród danych przez autora artykułu				

Rycina 20 przedstawia forest plot, a **Rycina 21** wykres lejkowy dla różnicy w wytrzymałości na zginanie pomiędzy metodami wytwarzania addytywnego i subtraktywnego. Istnieje duża, ale nieistotna ($p=0,202$) wielkość efektu negatywnego. Ujemne wartości wielkości efektu odpowiadają większej wytrzymałości próbek wykonanych subtraktywnie. Wyniki badań są niespójne – heterogeniczność jest znacząca ($p<0,001$), około 98% zmienności wynika z heterogeniczności. Test Eggera wskazuje na asymetrię wykresu lejkowego ($p<0,001$), która może być spowodowana stronniczością publikacji.



Rycina 20. Forest plot przedstawiający różnicę w wytrzymałości na zginanie pomiędzy metodami wytwarzania addytywnego i subtraktywnego.



Rycina 21. Wykres lejkowy przedstawiający różnicę w wytrzymałości na zginanie pomiędzy metodami wytwarzania addytywnego i subtraktywnego.

Z wyników metaanalizy wynika, że ceramika wytwarzana metodą addytywną charakteryzuje się w sumie mniejszą wytrzymałością na zginanie, jednak nieistotną w stosunku do ceramiki wytwarzanej metodą subtraktywną. Należy jednak stwierdzić, fakt, że badania różnią się od siebie znacząco wymiarami przedmiotu, rodzajem ceramiki i niewielkim wyposażeniem badawczym, co może mieć wpływ na ich niejednorodność.

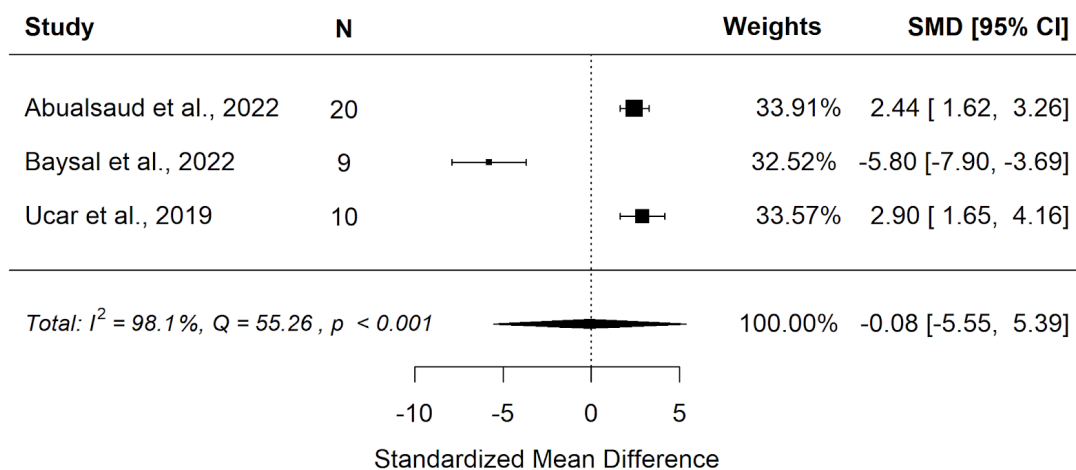
W drugiej metaanalizie określono mikrotwardość – wzięto pod uwagę artykuły odnoszące się do twardości Vickersa lub mikrotwardości. Spośród naszych wyrobów 5 [44,47,73,74,79] zostało poddanych wstępnej selekcji. Celem tej metaanalizy było również porównanie tego parametru w przypadku tlenku cyrkonu drukowanego w 3D (technologia addytywna) i tlenku cyrkonu frezowanego (wytwarzanie subtraktywne). Z wyselekcjonowanych artykułów musiał zostać wykluczony jeden artykuł [47], gdyż nie miał grupy kontrolnej, dlatego, że dotyczył twardości, zakresu większych obciążeń, oraz kolejny [44], ponieważ nie zawierał wystarczającej ilości danych.

W badaniach autorzy określali mikrotwardość Vickersa różnymi oznaczeniami, takimi jak VHN, HV czy kgF/mm². Oznaczają one w rzeczywistości tą samą wartość, ponieważ VHN (liczba twardości Vickersa) wyrażana jest w jednostce HV, którą podaje się wzorem $HV = F/A$. Wartość liczbową twardości wyrażoną w skali Vickersa HV uzyskuje się dzieląc siłę F w kilogramach siły (kgf) przez pole powierzchni bocznej wgłębienia A w milimetrach kwadratowych (mm²). Z tego powodu wszystkie jednostki w **Tabeli 5** zostały ujednoczone do jednej postaci – HV.

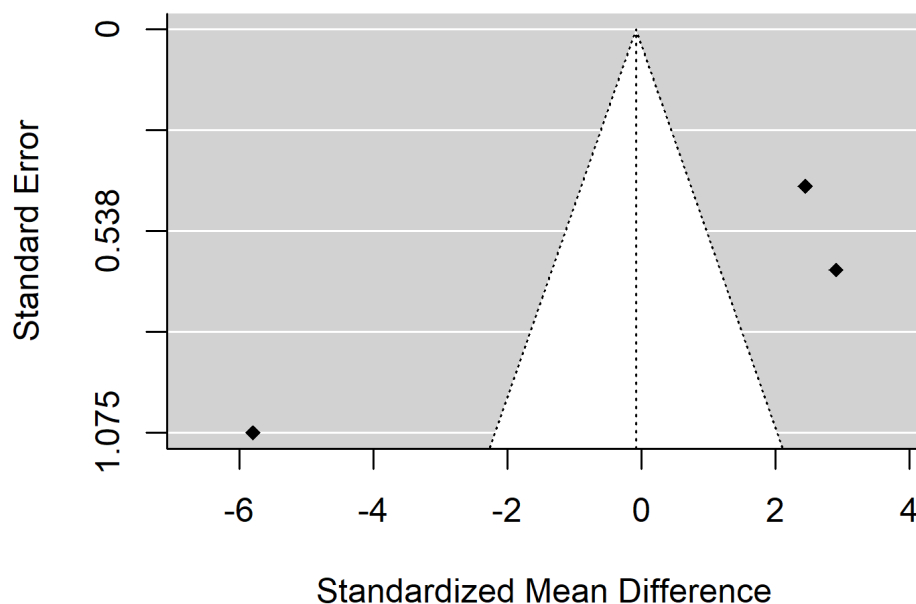
Tabela 5. Różnice w mikrotwardości (wg Vickersa) pomiędzy grupą, w której próbki wykonano metodą wytwarzania przyrostowego (AM) / druku 3D i grupą, w której próbki wykonano metodą subtraktywnego wytwarzania (SM) / frezowania.

Autor i rok publikacji	Mikrotwardość (wg Vickersa) w grupie, w której wykonano próbki metodą addytywną (AM) / druku 3D		Mikrotwardość (wg Vickersa) w grupie, w której próbki zostały wykonane metodą subtraktywną (SM) / frezowane	
	- Liczba i kształt, - Wymiary	Wartości w HV	- Liczba i kształt, - Wymiary	Wartości w HV
Abualsaud et al., 2022 [73]	- 20 dysków (w orientacji poziomej) - 14×1.5 ± 0.2 mm	twardość powierzchniowa: 1676.61 ± 37.77 HV	- 20 dysków - 14×1.5 ± 0.2 mm	twardość powierzchniowa: 1548.2 ± 62.32 HV
Baysal et al., 2022 [74]	- 9 sztabek - 25×4×1.2 mm	twardość przekroju: 1169.2 ± 48.4 HV	- 9 sztabek - 25×4×1.2 mm	twardość przekroju: 1501.4 ± 60.1 HV
Ucar et al., 2019 [79]	- 10 sztabek - fi16x1.2 mm	twardość powierzchniowa: 1581 ± 144 HV	- 10 dysków - fi16x1.2 mm	twardość powierzchniowa: 1249 ± 57 HV

Rycina 22 przedstawia forest plot, a **Rycina 23** wykres lejkowy dla różnicy mikrotwardości pomiędzy metodami wytwarzania addytywnego i subtraktywnego. Różnica w mikrotwardości jest bardzo mała i nieistotna ($p=0,976$). Ujemne wartości wielkości efektu odpowiadają większej mikrotwardości próbek wykonanych subtraktywnie. Wyniki badań są niespójne – heterogeniczność jest znacząca ($p<0,001$), około 98% zmienności wynika z heterogeniczności. Test Eggera wskazuje na asymetrię wykresu lejkowego ($p=0,018$), która może być spowodowana stronniczością publikacji.



Rycina 22. Forest plot przedstawiający różnicę mikrotwardości pomiędzy addytywnymi i subtraktywnymi metodami wytwarzania.



Rycina 23. Wykres lejkowy przedstawiający różnicę mikrotwardości pomiędzy addytywnymi i subtraktywnymi metodami wytwarzania.

Na podstawie wyników tej metaanalizy nie stwierdzono istotnej różnicy pomiędzy rodzajem ceramiki pod względem danej cechy. Istnieje jednak również znacząca niejednorodność z podobnych powodów, które wymieniono w pierwszej metaanalizie.

4.2. Wyniki badań mechanicznych tlenku cyrkonu

Do analizy opisowej obliczono średnią i odchylenie standardowe danej grupy ceramiki. Do oceny normalności rozkładu danych wykorzystano test t-studenta ($p < 0,01$). Dane zostały rozestane normalnie. Porównanie średnich wyników obu materiałów wykonano w oparciu o normę ISO 2854 [90]. Wyniki dla każdej cechy przedstawiono w **Tabeli 6** z przedziałem ufności wynoszącym 99%.

Tabela 6. Wyniki pomiarów parametrów mechanicznych.

Cecha	Grupa SM		Grupa AM	
	Średnia wartość	Przedział ufności 99%	Średnia wartość	Przedział ufności 99%
Wytrzymałość na zginanie (MPa)	688	100	813	265
Moduł Younga dla wytrzymałości na zginanie (GPa)	203	11	206	11
Wytrzymałość na ściskanie (GPa)	3.99	0.65	4.16	0.53
Moduł Younga dla wytrzymałości na ściskanie (GPa)	230	31	231	37
Gęstość (g/cm ³)	6.056	0.031	6.003	0.035
Twardość (HV)	1285	30	1319	23

4.2.1. Analiza wyników wytrzymałości na zginanie materiałów

Dla każdej próbki zarejestrowano obciążenie przy zerwaniu i obliczono ich wytrzymałość na zginanie. W przypadku grupie SM wynosiła 688 ± 100 MPa (99% CI od 588 do 788 MPa), a w grupie AM 813 ± 265 MPa (99% CI od 548 do 1078 MPa). Do porównania otrzymanych z badania wyników wykorzystano test t-studenta, który wykazał, że estymowane średnie statystyczne obu materiałów nie różnią się przy zadanym poziomie istotności testu ($p < 0.01$).

Zarejestrowano moduły Younga przy zginaniu dla obu materiałów, które wynosiły odpowiednio 203 ± 11 GPa (99% CI od 192 do 214 GPa) dla grupy AM i 206 ± 11 GPa (99% CI od 195 do 217 GPa) dla grupy SM.

4.2.2. Analiza wyników wytrzymałości na ściskanie materiałów

Próbki w kształcie walców zostały obciążone aż do zmiżdżenia i w tym momencie zarejestrowano ich wytrzymałość na ściskanie. W grupie SM wynosiła ona 3.99 ± 0.65 GPa (99% CI od 3.34 do 4.64 GPa), a w grupie AM 4.16 ± 0.53 GPa (99% CI od 3.63 do 4.69 GPa). Porównano wyniki obu prób za pomocą testu t-studenta. W analizie statycznej przy poziomie istotności testu ($p < 0.01$) uznano, że materiały nie różnią się między sobą.

Moduły Younga przy ściskaniu wynosił odpowiednio 231 ± 37 GPa (99% CI od 194 do 268 GPa) dla grupy AM i 230 ± 31 GPa (99% CI od 199 do 261 GPa) dla grupy SM. Przy poziomie istotności $p < 0.01$ nie wykazano różnic statystycznych pomiędzy materiałami.

4.2.3. Analiza wyników gęstości materiałów

Z pozostałości próbek po trójpunktowym teście zginania wybrano po 5 próbek do pomiaru gęstości dla każdej grupy. W grupie SM średnia gęstość wynosiła 6.056 ± 0.031 g/cm³ (99% CI od 6.025 do 6.087 g/cm³), a w grupie AM 6.003 ± 0.035 g/cm³ (99% CI od 5.968 do 6.038 g/cm³). Analiza statyczna o poziomie istotności $p < 0,01$ wskazywała, że różnice w gęstościach materiałów były istotne statystycznie.

4.2.4. Analiza wyników twardości materiałów

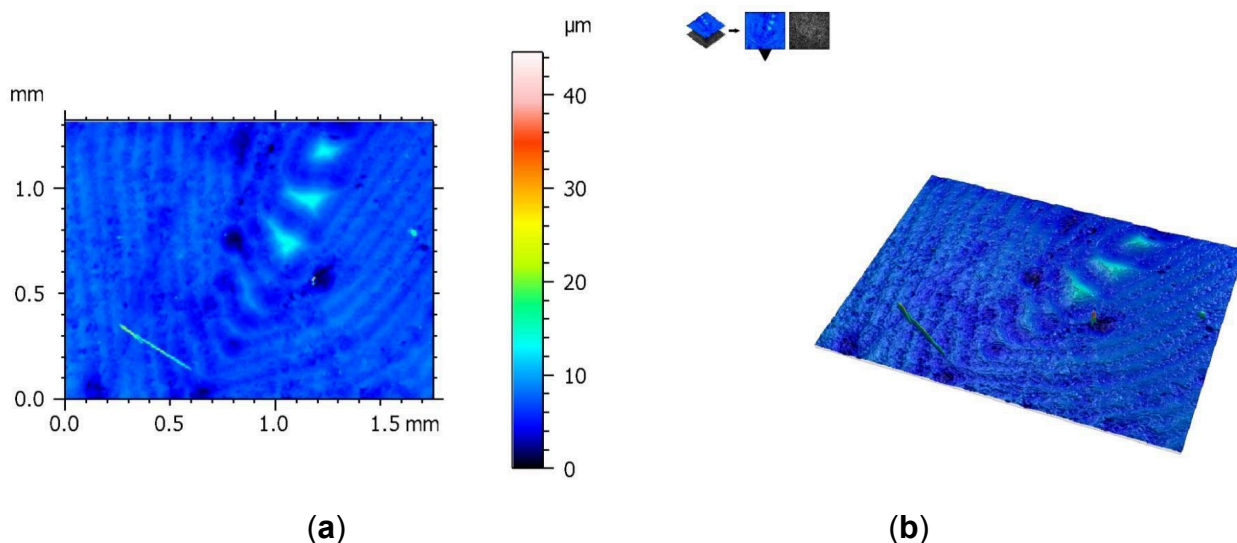
Próbki pozostałe po trójpunktowym teście zginania wykorzystano również przy teście twardości wg Vickersa. Grupa SM wykazała niższe wartości niż grupa AM odpowiednio 1285 ± 30 HV (99% CI od 1255 do 1315 HV) i 1319 ± 23 HV (99% CI od 1296 do 1342 HV). Po wykonaniu analizy statycznej za pomocą testu t-studenta przy poziomie istotności testu ($p < 0.01$) można stwierdzić, że estymowane średnie statystycznie nie różnią się między sobą.

4.3. Wyniki badań powierzchniowych tlenku cyrkonu

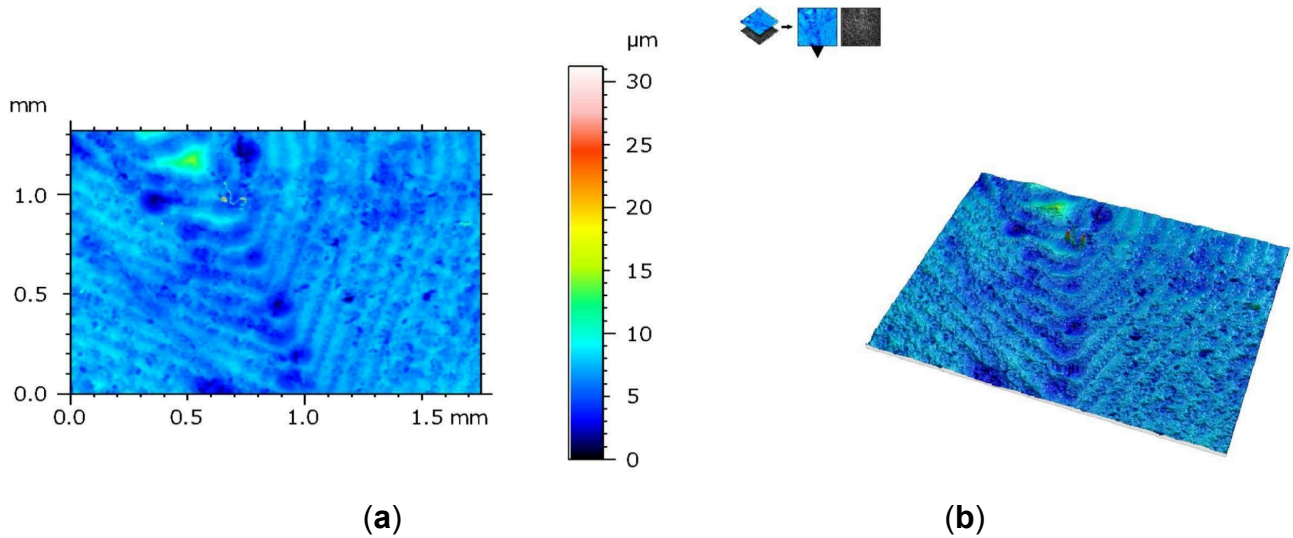
Na sztabkach tlenku cyrkonu wykonanych w obu technologiach na powierzchniach o przekroju prostokątnym dokonano pomiarów zarówno przed jak i po testach wytrzymałościowych. Przed testem mierzono każdą próbkę w środku, gdzie spodziewano się przełomu. Po teście mierzono w dwóch miejscach bezpośrednio w okolicy przełomu.

4.3.1. Analiza wyników chropowatości materiałów

Protokół pomiaru z zebranymi danymi SGP z wycinka powierzchni 1.753 (X) x 1.320mm (Y) z rozdzielczością 1360 (X) x 1024 punkty (Y) przedstawiono na **Rycinach 24** i **25**. Wyniki pomiaru SGP próbek z SM grup przed pęknięciem przedstawiono na **Rycinie 24**, natomiast na **Rycinie 25** zawarto powierzchnię tej samej próbki po teście zginania.

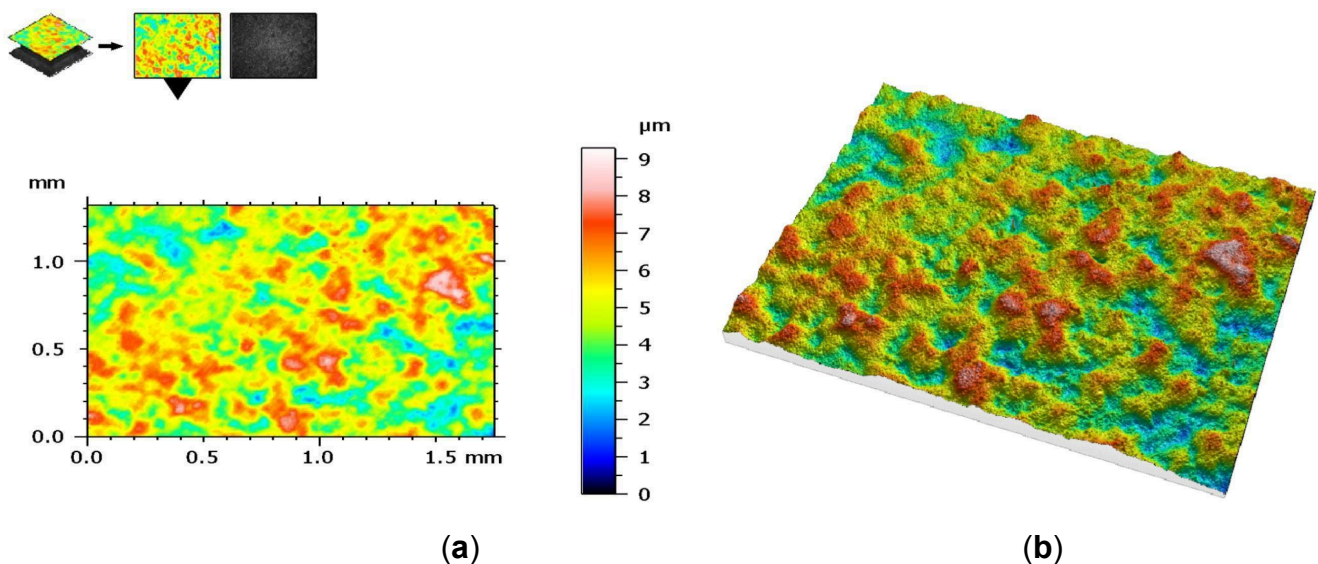


Rycina 24. Widok histogramu wysokości w kolorach symulowanych dla jednej z próbek z grupy SM: (a) widok 2D; (b) widok 3D.

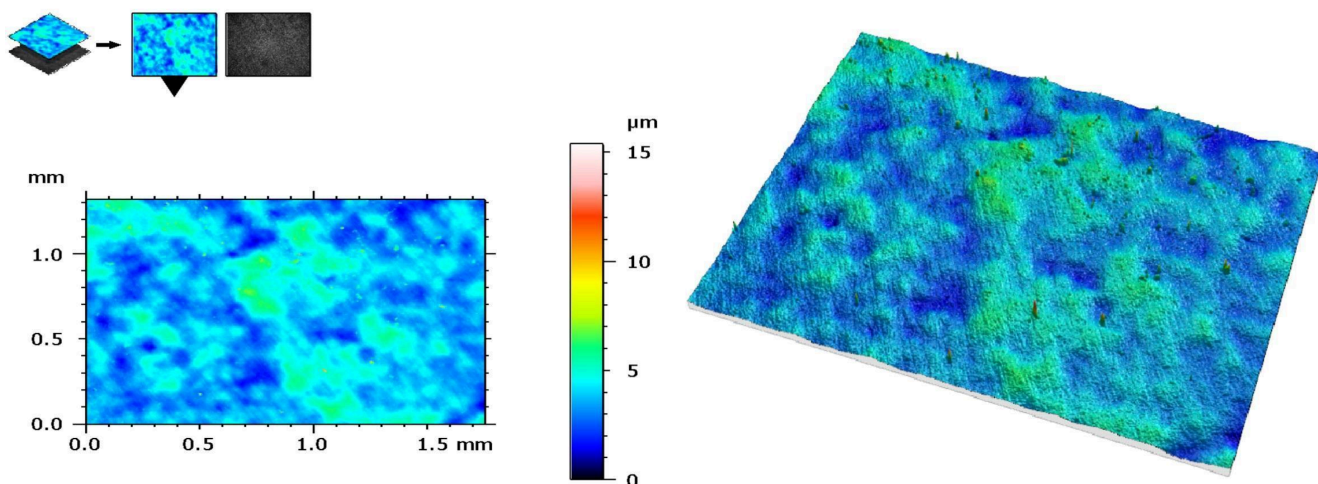


Rycina 25. Ta sama próbka po pęknięciu (grupa SM) – SGP: (a) widok 2D;
(b) widok 3D.

Z kolei na **Rycinie 26** zawarto wyniki pomiaru próbek z AM grup przed badaniami na zginanie, a **Rycinie 27** po tych badaniach. Przedstawiono wyniki ze środka próbki, gdzie spodziewane jest pęknięcie w trójpunktowym teście zginania.



Rycina 26. Widok histogramu wysokości w kolorach symulowanych dla jednej z próbek z grupy AM: (a) widok 2D; (b) widok 3D.



(a)

(b)

Rycina 27. Ta sama próbka po pęknięciu (grupa AM) – SGP: (a) widok 2D;
(b) widok 3D.

W **Tabelach 7 i 8** zestawiono wyniki parametrów SGP dla obu grup. Wyniki wykazały, że próbki wykonane addytywnie (grupa AM) i obróbki skrawaniem (grupa SM) posiadają jedynie niewielkie zmiany w pobliżu pęknięcia w przypadku próbek z grupy AM, zmiany te są jednak minimalne. Podczas badania formy pęknięcia pod mikroskopem, można dostrzec zauważalne podobieństwa pomiędzy obydwoma typami materiałów.

Tabela 7. Wyniki SGP dla próbek z grupy SM przed i po pęknięciu.

Zestawienie parametrów SGP dla próbek z grupy SM przed pęknięciem					
Parametr	Jednostka	Średnia wartość	Odchylenie standardowe	Minimum	Maksimum
Sq	μm	1.19	0.29	0.89	1.69
Ssk		2.5	3.6	-1.2	8.1
Sku		78	88	6	235
Sp	μm	26	16	6	44
Sv	μm	9.7	2.5	6.7	13.1
Sz	μm	35	17	14	56
Sa	μm	0.74	0.10	0.62	0.92

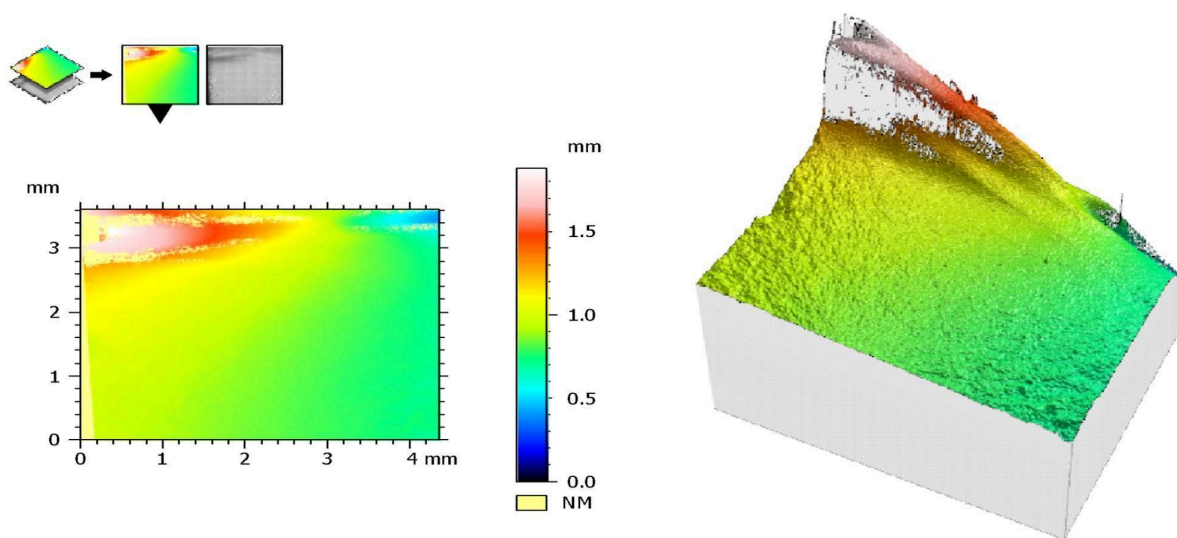
Zestawienie parametrów SGP dla próbek z grupy SM po pęknięciu					
Parametr	Jednostka	Średnia wartość	Odchylenie standardowe	Minimum	Maksimum
Sq	μm	1.17	0.29	0.83	1.52
Ssk		2.1	4.5	-1.0	10.9
Sku		89	102	10	288
Sp	μm	32	14	13	48
Sv	μm	9.6	2.9	6.4	14.5
Sz	μm	42	16	22	63
Sa	μm	0.76	0.13	0.59	0.92

Tabela 8. Wyniki SGP dla próbek z grupy AM przed i po pęknięciu.

Zestawienie parametrów SGP dla próbek z grupy AM przed pęknięciem					
Parametr	Jednostka	Średnia wartość	Odchylenie standardowe	Minimum	Maksimum
Sq	μm	0.99	0.36	0.34	1.39
Ssk		-0.08	0.16	-0.36	0.10
Sku		4.1	2.7	2.6	9.5
Sp	μm	5.04	0.91	3.92	6.48
Sv	μm	4.17	0.68	3.30	5.06
Sz	μm	9.2	1.1	7.2	10.3
Sa	μm	0.79	0.30	0.26	1.12
Zestawienie parametrów SGP dla próbek z grupy AM po pęknięciu					
Parametr	Jednostka	Średnia wartość	Odchylenie standardowe	Minimum	Maksimum
Sq	μm	1.08	0.30	0.63	1.42
Ssk		1.9	2.4	0.0	5.8
Sku		39	52	3	138
Sp	μm	19	11	11	40
Sv	μm	6.0	2.4	3.5	10.6
Sz	μm	25	11	15	45
Sa	μm	0.82	0.25	0.42	1.07

4.3.2. Analiza wyników wizualnej propagacji pęknięć

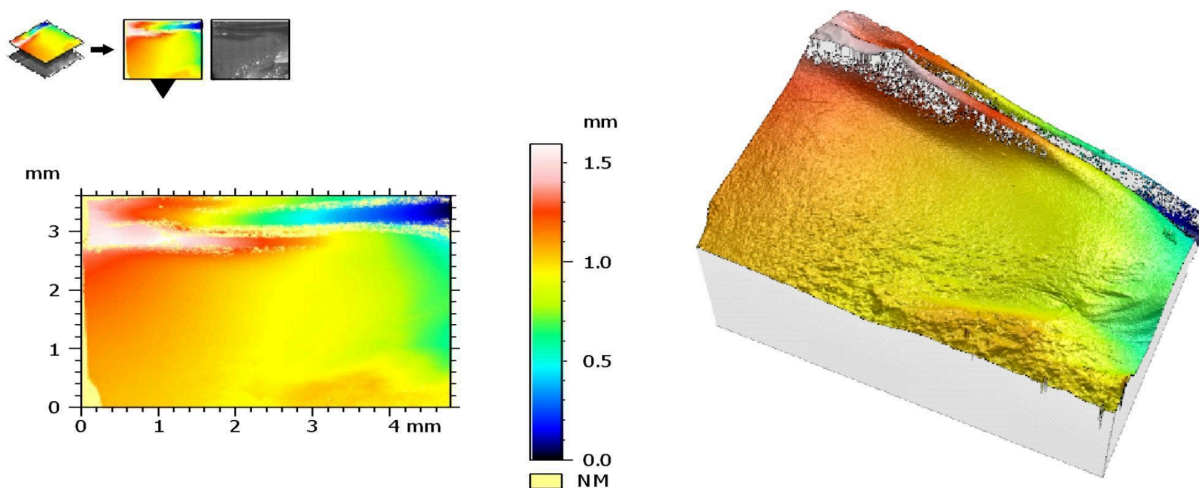
Wizualna ocena postaci pęknięć dla próbek z grupy SM została przedstawiona na **Rycinie 28**, a dla próbki z grupy AM na **Rycinie 29**. Postać obu pęknięć jest bardzo zbliżona.



(a)

(b)

Rycina 28. Próбка z grupy SM: (a) histogram w kolorach symulowanych postaci przełomu; (b) widok 3D w kolorach symulowanych postaci przełomu.



(a)

(b)

Rycina 29. Próбка z grupy AM: (a) histogram w kolorach symulowanych postaci przełomu; (b) widok 3D w kolorach symulowanych postaci przełomu.

4.4. Wyniki badań intensywności wytwarzania biofilmu przez drobnoustroje jamy ustnej na powierzchni tlenku cyrkonu

Powstanie biofilmu na powierzchni próbek cyrkonu drukowanego 3D oraz próbek cyrkonu frezowanego początkowo oceniano metodą jakościową (Richardsa), a następnie metodą ilościową. Na podstawie przeprowadzonych badań zaobserwowano różnice w ocenie biofilmu w metodzie jakościowej i ilościowej, lecz w obu metodach nie stwierdzono zupełnego braku biofilmu. Do analizy opisowej wyników uzyskanych za pomocą metody ilościowej obliczono średnią i odchylenie standardowe dla danej grupy ceramiki. Do oceny normalności rozkładu danych wykorzystano test t-Studenta ($p < 0,01$). Dane były dystrybuowane normalnie. Porównanie średnich wyników obu materiałów przeprowadzono w oparciu o normę ISO 2854 [90]. Wyniki tworzenia się biofilmu w metodzie ilościowej dla wszystkich szczepów w przypadku obu materiałów wykazują między sobą różnice, jednak na poziomie istotności $p < 0,01$ nie są one istotna statystycznie.

4.4.1. Analiza wyników metody jakościowej

W metodzie Richardsa [88] przyjęto następującą klasyfikację wyników w zależności od uzyskanego zabarwienia badanych próbek:

- (-) - brak komórek (szczep nietworzący biofilmu);
- (+) - 10^3 - 10^4 CFU/ml (szczep słabo tworzący biofilm);
- (++) - 10^5 - 10^6 CFU/ml (szczep silnie tworzący biofilm);
- (+++) - 10^7 - 10^8 CFU/ml (szczep bardzo silnie tworzący biofilm).

Szczep *C. albicans* zaklasyfikowano jako bardzo silnie tworzący biofilm (+++) (**Rycina 18**), jednak nie obserwowano istotnych różnic pomiędzy cyrkonem drukowanym 3D a cyrkonem frezowanym. Słabsze wytwarzanie biofilmu obserwowano w przypadku wykorzystanych w badaniu szczepów bakteryjnych i również nie odnotowano istotnych różnic w tworzeniu się biofilmu zarówno na powierzchni tlenku cyrkonu drukowanego 3D jak i tlenku cyrkonu frezowanego. Wyniki metody jakościowej przedstawiono w **Tabeli 9**.

Tabela 9. Klasyfikacja tworzenia się biofilmu dla poszczególnych szczepów - metoda jakościowa.

Szczepy wykorzystane w analizie biofilmu na próbkach tlenku cyrkonu drukowanego 3D				
<i>C. albicans</i>	<i>S. aureus</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>E. faecalis</i>	<i>S. mutans</i>
+++	+	+	+	+
Szczepy wykorzystane w analizie biofilmu na próbkach tlenku cyrkonu frezowanego				
<i>C. albicans</i>	<i>S. aureus</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>E. faecalis</i>	<i>S. mutans</i>
++	+	+	+	+

4.4.2. Analiza wyników metody ilościowej

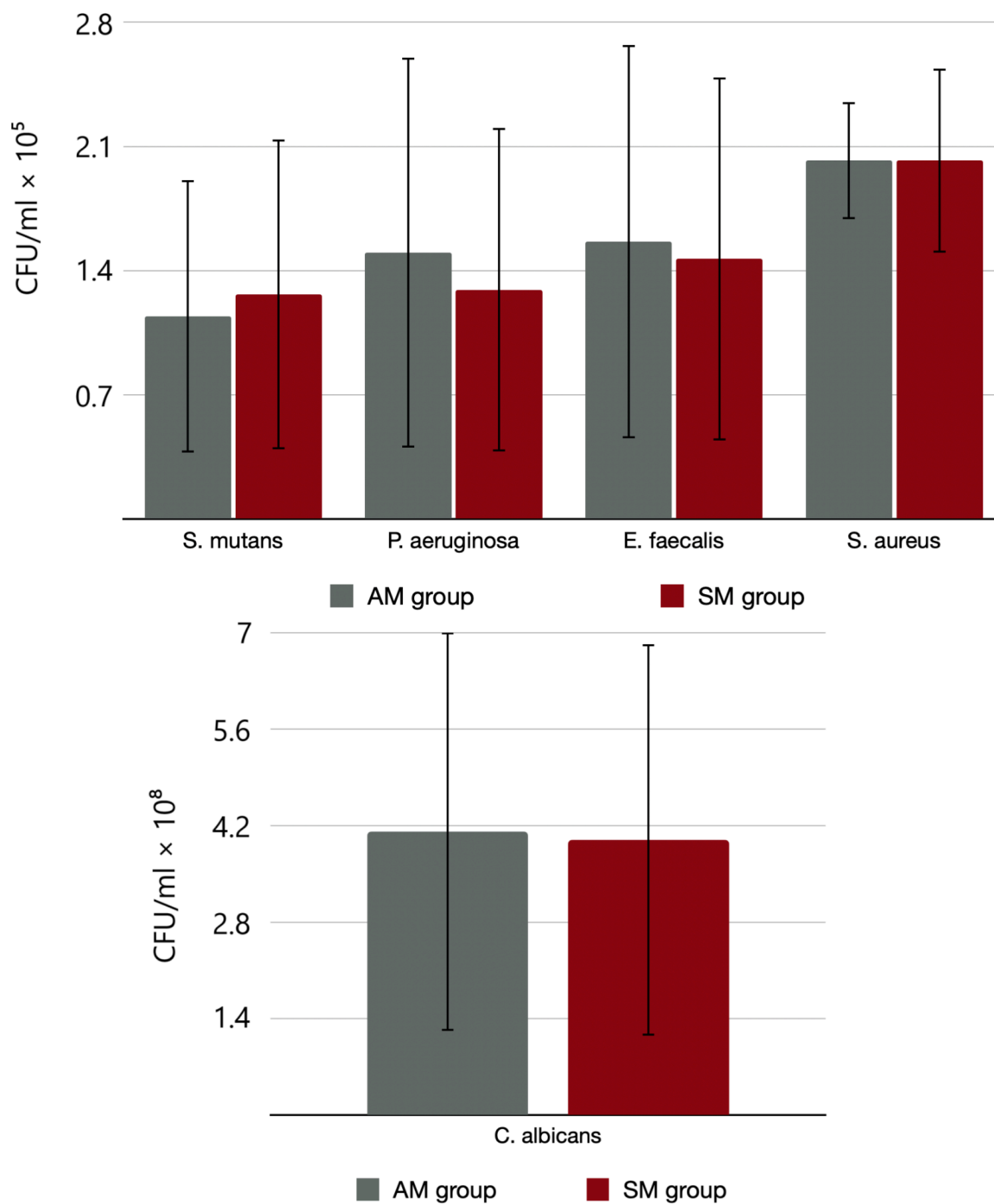
Wyniki tworzenia się biofilmu oceniane metodą ilościową korespondowały z metodą jakościową [89]. Odnotowano minimalne różnice występowania biofilmu na materiałach zawierających cyrkon drukowany 3D (**Tabela 10**) oraz cyrkon frezowany (**Tabela 11**). Wyniki średnich w CFU/ml (jednostkę tworzącą kolonię) i odchyłeń standardowych otrzymane metodą ilościową przedstawiono na **Rycinie 30**.

Tabela 10. Analiza wpływu materiałów tlenku cyrkonu drukowanego 3D wobec szczepów *C. albicans*, *S. aureus*, *P. aeruginosa*, *E. faecalis* i *S. mutans* - metoda ilościowa.

Numer próby	<i>C. albicans</i>	<i>S. aureus</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>E. faecalis</i>	<i>S. mutans</i>
	CFU/ml				
1	6.1×10^8	1.6×10^5	2.1×10^5	2.5×10^5	1.8×10^5
2	6.8×10^8	2.5×10^5	1.5×10^4	2.5×10^5	1.3×10^5
3	5.5×10^7	1.9×10^5	2.1×10^5	2.3×10^4	2.1×10^5
4	6.5×10^8	2.3×10^5	2.6×10^4	1.8×10^4	2.6×10^4
5	6.2×10^7	1.8×10^5	2.9×10^5	2.4×10^5	2.5×10^4

Tabela 11. Analiza wpływu materiałów tlenku cyrkonu frezowanego wobec szczepów *C. albicans*, *S. aureus*, *P. aeruginosa*, *E. faecalis* i *S. mutans* - metoda ilościowa.

Numer próby	<i>C. albicans</i>	<i>S. aureus</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>E. faecalis</i>	<i>S. mutans</i>
	CFU/ml				
1	6.7×10^8	1.3×10^5	2.1×10^5	2.3×10^5	2.2×10^5
2	5.8×10^8	1.8×10^5	1.4×10^4	2.2×10^5	1.7×10^5
3	5.4×10^7	2.9×10^5	2.1×10^5	2.1×10^4	2.0×10^5
4	6.4×10^8	2.1×10^5	2.2×10^4	2.2×10^4	1.8×10^4
5	5.2×10^7	2.0×10^5	1.9×10^5	2.4×10^5	2.5×10^4



Rycina 30. Wyniki średnich i odchyłeń standardowych uzyskanych za pomocą metody ilościowej.

5. Dyskusja

5.1. Dyskusja dotycząca przeglądu systematycznego i metaanalizy

W czasie pisania przeglądu systematycznego można było znaleźć jeden przegląd dotyczący tematyki ceramiki wytwarzanej addytywnie, jednak nie dotyczył on wyłącznie ceramiki na bazie cyrkonu, ale wszystkich rodzajów ceramiki i obejmował prace do początku 2022 roku [38]. Według PubMed, w 2022 roku najwięcej nowych artykułów pojawiło się na temat uzupełnień z tlenku cyrkonu wykonanych w technologii addytywnej. W przeglądzie uwzględniono dodatkowo nowe artykuły (z 2022 r. i do 5 kwietnia 2023 r.), dodając do recenzowanych artykułów bazy Embase i Web of Science.

Przeprowadzony przegląd systematyczny miał na celu kompleksowe przedstawienie, jak addytywnie wytwarzany tlenek cyrkonu zachowuje się pod względem parametrów mechanicznych w porównaniu z konwencjonalnymi uzupełnieniami z tlenku cyrkonu. Łącznie 19 badań uwzględnionych w tym przeglądzie było badaniami eksperymentalnymi in vitro. Cechami, które najczęściej powtarzały się wśród prezentowanych artykułów, była wytrzymałość na zginanie oraz twardość.

5.1.1. Wytrzymałość na zginanie tlenku cyrkonu drukowanego 3D

Na podstawie dwóch artykułów [47,73] można zauważyć, że orientacja pozioma/prostopadła próbek jest najbardziej odporna na zginanie. Drugą zależnością jest, że im bardziej porowata próbka tym mniejszą jej wytrzymałość na zginanie [81].

Porównując próbki drukowane i frezowane okazuje się, że próbki wyprodukowane metodą addytywną wykazują niższe wartości wytrzymałości na zginanie. W badaniach branych pod uwagę w przeglądzie występuje niewielka różnica w wynikach na korzyść ceramiki wykonanej w technologii ubytkowej, która jest nieistotna statystycznie. Badania własne wykazują dużą heterogeniczność – normalnie powinna ona wynosić około 50% – w badaniu własnym kształtuje się na poziomie 98%. Jedno z badań [52] z pewnością wypacza wyniki metaanalizy dotyczącej wytrzymałości na zginanie, ponieważ wyniki dla tlenku cyrkonu

wytwarzanego technologią druku 3D są zdecydowanie niższe niż w innych badaniach, mimo że zastosowano ten sam materiał – LithaCon 3Y 210 (Lithoz, Wiedeń, Austria), który w innych badaniach wykazał znacznie większe wartości tego parametru. Może to wynikać z różnic w metodologii poszczególnych badań.

W porównaniu z innymi tradycyjnymi ceramikami dentystycznymi, częściowo stabilizowany itrem polikrystaliczny tetragonalny tlenek cyrkonu (Y-TZP) wykazywał najlepsze właściwości mechaniczne i odporność na pękanie [91]. Technicy i lekarze stomatolodzy powinni pamiętać, że spiekanie w temperaturze 1600°C jest szkodliwe dla wytrzymałości i niezawodności 3Y-TZP i należy go unikać przy wyborze programu spiekania ceramiki cyrkonowej stabilizowanej 3 mol% itru [92]. Największą wytrzymałość na zginanie wykazały grupy spiekane w temperaturze od 1400°C do 1550°C [93].

5.1.2. Mikrotwardość tlenku cyrkonu drukowanego 3D

Z badań własnych wynika, że twardość próbek wytworzonych metodami wytwarzania przyrostowego i techniką ubytkową może być porównywalna. Pomimo dwóch badań z metaanalizy [73,79], które pokazują, że drukowany tlenek cyrkonu wypada jeszcze lepiej w testach in vitro niż jego frezowany odpowiednik, ogólna mikrotwardość ceramiki drukowanej w 3D jest niższa, ale nie ma znaczącej różnicy pomiędzy typem ceramiki o danej charakterystyce. Niestety niejednorodność badania w tym przypadku jest taka sama jak w przypadku wytrzymałości na zginanie.

Twardość jest parametrem, który sprawdza się w badaniach w różnych zakresach obciążeń. Można ją podzielić na:

- twardość konwencjonalną (obciążenia od 1 kg do 50 kg),
- mikrotwardość (obciążenia od 1 g do 2 kg),
- nanotwardość (obciążenia od 0,001 g do 30 g).

W badaniach własnych najbardziej skupiono się na parametrze mikrotwardości. W badaniach autorzy przedstawili różne obciążenia, z jakimi działała dana próbka. Do metaanalizy zakwalifikowano jedynie artykuły [73,74,79], w których siła była podobna – 9,8 N, czyli równowartość obciążenia 1 kg. Z tego powodu z metaanalizy wyłączono jedno badanie [44], gdyż do obliczenia tego parametru

użyto znacznie większej siły – siły 294 N, co odpowiada obciążeniu 30 kg (zakres twardości konwencjonalnej).

Szlifowanie próbek ma znaczący wpływ na twardość materiału. W niewielu badaniach oceniano tę cechę zarówno przed, jak i po szlifowaniu. Według kilku artykułów [94,95], w porównaniu z bezpośrednim stanem po spiekaniu, po szlifowaniu twardość ma tendencję do wzrostu. Wzrost ten przypisuje się mechanizmowi zmiany fazy [96]. Ze względu na zwiększoną twardość spiekanego tlenku cyrkonu, ścieranie spiekanych próbek spowodowało również zmniejszenie chropowatości powierzchni i przejście fazowe z tetragonalnej do jednoskośnej formy tlenku cyrkonu [97]. Z danych tych można stwierdzić, że aby poprawić właściwości mechaniczne uzupełnienia, należy je przed wprowadzeniem do jamy ustnej pacjenta wygładzić.

Konieczne są dalsze badania, aby jednoznacznie określić, który materiał ma lepszą wartość tego parametru. Można jednak z całą pewnością stwierdzić, że tlenek cyrkonu drukowany 3D jest materiałem, z którym można wiązać duże nadzieje na przyszłość.

5.1.3. Ograniczenia przeglądu

Ogólną jakość badań można uznać za wysoką [50,73,78] i średnią [44,47,51-53,60,61,74-77,79-83], zatem wszystkie uwzględnione badania prezentują poziom jakości pozwalający przypuszczać, że dana cecha może występować także w badaniu klinicznym. Mocną stroną uwzględnionych badań jest trafny opis próbek badawczych w próbie badawczej i kontrolnej, prawidłowe założenia przyjęte przy tworzeniu środowiska do przeprowadzenia badania oraz opis przeprowadzenia pomiarów. Istnieją jednak pewne niedociągnięcia, które należy omówić. W większości uwzględnionych badań nie przeprowadzono obliczeń liczebności próby, co uważa się za istotne dla traktowania wyników jako wiążących. W wielu z nich nie podano informacji o źródle użytego materiału, o osobie, która projektowała próbki i dokonywała pomiarów, a także brak było opisu osoby odczytującej i interpretującej wyniki. Wiele badań nie obejmowało wszystkich etapów badania i w żadnym z nich nie uwzględniono prawidłowej próby ślepej w całym badaniu. Niektóre z badań częściowo randomizowały wyniki podczas oceny wyników badania w SEM, ale pomijały je podczas badania pozostałych cech.

Obecnie technologia druku ceramicznego jest w dalszym ciągu droższa w porównaniu do technologii subtraktywnej, gdyż specjalistyczny sprzęt w postaci drukarek 3D do cyrkonu nie jest dziś tak powszechnie stosowany w protetyce stomatologicznej. Prawdopodobnie wraz z popularyzacją tej technologii sytuacja ta ulegnie zmianie, zwłaszcza, że istnieją ku temu tendencje, gdyż w porównaniu do technologii ubytkowej tracimy znacznie mniejsze ilości materiału.

Wadą tlenku cyrkonu jest jego podatność na „starzenie się” (LTD – degradacja w niskiej temperaturze) [98]. Proces ten polega na spontanicznej przemianie gazowej formy tetragonalnej w monocykliczną w temperaturach poniżej 400°C i w warunkach dużej wilgotności. Towarzyszy temu rozwój mikropęknięć i wzrost objętości o 3%. W przypadku pojedynczych koron najbardziej podatna na złamanie jest część wewnętrzna. Jest to niestety często łącznik filaru z przęsłem w przypadku mostów wieloelementowych. Według kilku badań [99,100] mieszanki tlenku cyrkonu i tlenku glinu są mniej podatne na LTD niż czysty tlenek cyrkonu. Problem ten występuje analogicznie w przypadku stosowania drukarek 3D, ponieważ zużyta zawiesina składa się nie tylko z tlenku cynku, ale także często i z innych dodatków.

Kolejną wadą technologii addytywnej jest konieczność usunięcia spoiwa z masy drukarskiej. Ze względu na obecność spoiw i ceramiki w zawieszynie drukarskiej SLA lub DLP konieczne jest de-binding (usunięcie spoiwa) i spiekanie, co wydłuża proces produkcji danej próbki [101]. Nie wyklucza to jednak możliwości stosowania u pacjentów tlenku cyrkonu addytywnego i możemy się spodziewać, że w przyszłości dentyści będą mogli wykorzystywać cyrkon drukowany w 3D w uzupełnieniach protetycznych.

5.2. Dyskusja dotycząca badań wytrzymałościowych i powierzchniowych.

W nowoczesnej stomatologii dużym wyzwaniem jest wytworzenie estetycznego, wytrzymałego i biokompatybilnego uzupełnienia protetycznego. Naprzeciw oczekiwaniom klinicystów i potrzeb pacjentów wychodzą materiały o właściwościach podobnych do tkanek ludzkiego zęba, między innymi opisywany w badaniu własnym tlenek cyrkonu. Rozwój najnowszych technologii pozwala na stosowanie różnych metod wytwarzania tego materiału. Powyższe badanie in vitro miało na celu porównanie parametrów mechanicznych, takich gęstość, mikrotwardość, wytrzymałości na zginanie i ściskanie, a także strukturę geometryczną cyrkonu frezowanego i wytwarzanego techniką addytywną.

Pierwotnie założona hipoteza zerowa została w pełni potwierdzona dla prób wytrzymałościowych. Badania nie wykazały statystycznie istotnych różnic pomiędzy dwoma materiałami na poziomie istotności 0.01. W badaniach własnych nie wykazano statystycznej różnicy między materiałami w przeciwieństwie do badań Baysal et al. [74], gdzie cyrkon drukowany wykazał słabsze wyniki od frezowanego, posiadając w grupie SM 1501.4 ± 60.1 HV, czyli istotnie wyższą wartość HV niż w grupie AM (1169.2 ± 48.4 HV). Przyczyną różnicy w obu badaniach może być fakt, że próbki do obu badań mimo wykorzystania tego samego materiału badania Baysal et al. były wykonane na innej drukarce (Carmel 1400, XJet, Israel). Wykazanie różnic między tymi dwoma drukarkami wymagałoby większej ilości badań.

Wytrzymałość na zginanie naturalnych zębów trzonowych wynosi od 103 do 167 MPa, zatem niezależnie od wyników badań grupy AM czy SM, w zupełności wystarczy do zastąpienia zębów naturalnych. W badaniach własnych wynosiła ona dla grupy AM 813 ± 265 MPa oraz dla grupy SM 688 ± 100 MPa. Różnica, pomimo że dość znaczna, nie jest istotna statystycznie na poziomie istotności 0.01 z powodu dużego rozrzutu cząstkowych wyników, co jest typowe dla materiałów kruchych. Revilla-León et al. [61] w swoich badaniach użyli do zbadania tej cechy tego samego materiału, ale rezultatem ich badań było otrzymanie wyników całkowicie odmiennych, 320.32 ± 40.55 MPa oraz 914.75 ± 68.12 MPa odpowiednio dla grupy AM i SM. Z kolei wyniki badań własnych zgadzają się z wynikami pracy Zandinejad et al. [81], którzy obliczyli, że tlenek cyrkonu z grupy AM o porowatości 0% (AMZ0) wykazał najwyższą wartość wytrzymałości na zginanie 755.1 ± 147.1 MPa, gdzie te wyniki również nie zgadzają się z ustaleniami wcześniejszego autora [61].

Z kolei w innym badaniu Revilla-León et al. [52] autorzy używając zamiast cyrkonu wytwarzanego za pomocą SLA (3DMix ZrO₂, 3D Ceram Sinto, France) materiału produkowanego technologią LCM (LithaCon 3Y 210, Lithoz GmbH, Austria) otrzymali wyniki rzędu 1518.9 ± 253.9 MPa dla próbek druku 3D, które uzyskały istotnie wyższą średnią wartość wytrzymałości na zginanie w porównaniu z próbkami frezowanymi (980.5 ± 130.3 MPa). Przyczynę tak widocznych różnic między badaniami można tłumaczyć innym składem chemicznym materiałów, zmianami podczas procedur produkcyjnych, bądź różnicą w porowatości danego materiału. Niektórzy autorzy uważają także, że proces postprodukcyjny cyrkonu może wpływać na jego właściwości mechaniczne, jak na przykład jego polerowanie które może znacznie poprawić wytrzymałość na zginanie [102].

W aktualnej literaturze brakuje informacji na temat wytrzymałości na ściskanie drukowanego cyrkonu, pomimo, że jest to bardzo ważna cecha dla materiału mającego zastosowanie w jamie ustnej. W badaniach własnych wykazano wytrzymałość na ściskanie na poziomie 3.99 ± 0.65 GPa w SM group oraz 4.16 ± 0.53 GPa w AM group. Wśród artykułów znaleziono tylko jedną pracę [60] odnośnie tlenku cyrkonu produkowanego addytywnie w odniesieniu do tej cechy, ale ze względu na inny materiał, proces produkcji, a także bardzo niskie wyniki rzędu 60-172 MPa, które wydają się niewiarygodne, nie można porównać rezultatów tych badań.

Pomimo, że moduł Younga jest stałą materiałową, typowe jest to, że przy ścisaniu (czy rozciąganiu) otrzymuje się wyższe wyniki modułu Younga niż przy zginaniu. Wynika to m.in. z nieuwzględnienia sił ścinających podczas obliczeń analitycznych dotyczących zginania, oraz tego, że przy zginaniu rozkład naprężeń jest bardzo nierównomierny w porównaniu do ściskania. Sprężystość obu badanych ceramik zarówno przy zginaniu jak i przy ścisaniu wyrażona obliczonym modułem Younga okazała się na tyle podobna dla obu materiałów, że autorzy zrezygnowali z obliczania współczynnika Poissona i Weibulla.

Gęstość jest jedną z cech ceramiki, która może mieć duży wpływ na jej właściwości mechaniczne. W badaniach Opalińska et al. [103] stwierdzono, że przy spadku wielkości nanocząstek lub przy wzroście powierzchni właściwej, gęstość nanocząstek maleje [48]. Może to być spowodowane techniką produkcji bądź jakością danego materiału. Autorzy badań nad tlenkiem cyrkonu w swoich badaniach [74,76] uzyskali wyniki gęstości na poziomie ~ 6 g/cm³. W badaniach własnych

uzyskano bardzo podobne rezultaty, w grupie AM niższą gęstość ceramiki niż w grupie SM, odpowiednio $6.003 \pm 0.035 \text{ g/cm}^3$ i $6.056 \pm 0.031 \text{ g/cm}^3$. Różnice te są, pomimo że niewielkie, to istotne statystycznie na poziomie istotności $p < 0.01$.

5.3. Dyskusja dotycząca badań mikrobiologicznych

Autorzy badania przeprowadzili analizę jakościową i ilościową wytwarzania biofilmu poprzez drobnoustroje najczęściej występujące w jamie ustnej. Obecność w jamie ustnej *Candida albicans* jest znana stomatologom i mikrobiologom od lat [104]. Standardowo grzyb ten występuje w zdrowej jamie ustnej i nie wywołuje żadnych niepożądanych reakcji w jamie ustnej. Niestety kiedy jego równowaga ulega zachwianiu i dochodzi do zwiększenia liczby kolonii grzybiczych lub jego zjadliwości może on doprowadzić do infekcji, a następnie do rozwinięcia kandydozy jamy ustnej [105]. W badaniu własnym oba testowane materiały nie zostały poddane żadnej obróbce powierzchni materiału, aby zobaczyć jak drobnoustroje zachowują się na powierzchni bezpośrednio otrzymanej po procesie produkcji. Analiza statystyczna ($p < 0,01$) pozwoliła na potwierdzenie hipotezy zerowej na podstawie wyników badań ilościowych, że różnica w intensywności wytwarzania biofilmu przez *Candida albicans* nie jest istotna statystycznie. Badania Cepic i wsp. [106] wykazały, że istotne zwiększenie przylegania grzybów rodzaju *Candida albicans* można zauważyć na powierzchniach pokrytych glazurą w porównaniu z tymi, które zostały uprzednio oszlifowane. Wskazują oni również, że czynnikiem, który może zwiększać tę adhezję prawdopodobnie jest mucyna znajdująca się w ślinie. Ta sama zależność względem powierzchni występuje nie tylko przy grzybach, ale również przy biofilmie wytworzonym przez bakterie [107]. Można więc na tej podstawie wyciągnąć wniosek, że w celu ograniczenia tworzenia się biofilmu zawsze powinno wykonywać się uprzednio polerowanie powierzchni tlenku cyrkonu [108]. Z kolei Khattar i wsp. [109] zauważyli, że tlenek cyrkonu stosowany jako dodatek do innego materiału w niskim stężeniu (0,5%) nie dość, że nie zwiększa chropowatości materiału to znacząco obniża adhezję grzybów do powierzchni materiału w porównaniu do próbek z pozostałych grup badania autora co dodatkowo potwierdza informacje o biokompatybilności tlenku cyrkonu.

Bakterie w jamie ustnej odgrywają kluczową rolę w utrzymaniu zdrowia jamy ustnej, ale mogą również przyczyniać się do różnych problemów zdrowotnych [110].

Z tego powodu również autorzy postanowili sprawdzić czy występują różnice między adhezją poszczególnych bakterii pomiędzy tlenkiem cyrkonu frezowanym a drukowanym 3D. W badaniach własnych nie wykazano różnic pomiędzy intensywnością wytwarzania biofilmu poprzez bakterie w przypadku obu materiałów. Jest to bardzo dobra właściwość, gdyż nowy materiał może pod tym względem konkurować z dostępnym od lat na rynku frezowanym tlenkiem cyrkonu. Jak wykazują badania podczas porównywania intensywności biofilmu wśród tytanu, PEEK'u (polieteroeteroketonu) i tlenku cyrkonu to właśnie ten ostatni spośród badanych uzyskuje najniższe wskaźniki adhezji drobnoustrojów do swojej powierzchni [111]. Potwierdzają to również badania innych autorów [112], uwzględniając jednak fakt, że w przypadku struktur takich jak implanty dentystyczne pomimo, że pierwotnie utworzony biofilm w mniejszej ilości akumuluje się na implantach z tlenku cyrkonu niż na przykład jego tytanowych odpowiednikach, to jednak w przypadku jego starzenia różnica ta ulega zmniejszeniu.

Na adhezję drobnoustrojów do powierzchni mogą wpływać również inne czynniki, jednym z nich jest sposób sterylizacji powierzchni materiału. Próbkę sterylizowaną na sucho wykazują znacząco niższą ilość biofilmu na powierzchni tlenku cyrkonu, podczas gdy naświetlanie między innymi promieniami UVC lub gamma skutkuje większym namnażaniem się drobnoustrojów. Niektórzy autorzy [113] wiążą to zjawisko ze zwiększeniem hydrofilności materiału, co może wpływać na szybsze rozmnażanie się bakterii w bardziej wilgotnym środowisku.

Wszystkie wyżej opisane cechy świadczą o wysokiej biokompatybilności tlenku cyrkonu, którą po zastosowaniu dodatkowych zabiegów można dodatkowo zwiększyć i spowolnić kolonizację jego powierzchni poprzez drobnoustroje jamy ustnej. Dodatkowo nowy materiał w postaci drukowanego tlenku cyrkonu daje możliwości tworzenia skomplikowanych projektów, takich jak implanty lub specjalistyczne łączniki do protez. Możemy również zaoszczędzić część materiału, która jest tracona podczas standardowego wytwarzania metodą frezowania. W przyszłości, po przeprowadzeniu dodatkowych badań i rozprzestrzenieniu tlenku cyrkonu w technologii druku 3D, może stać się on często stosowanym materiałem, nie tylko ze względu na szybkość procesu produkcji, ale również na tworzenie nie tylko litych, ale również częściowo porowatych elementów [60].

Celem tego badania było wykazanie różnic pomiędzy materiałami pod względem adhezji drobnoustrojów. W jamie ustnej oprócz użytych w badaniu

drobnoustrojów występuje ponad 700 innych gatunków bakterii i grzybów. W badaniu nie sposób byłoby sprawdzić wszystkie z nich, dlatego użyto jedynie najbardziej popularnych gatunków, więc można sugerować, że przy innym rodzaju drobnoustrojów mogą wystąpić większe różnice pomiędzy wynikami uzyskanymi z porównania obu materiałów.

5.4. Przyszłość tlenku cyrkonu drukowanego w 3D w stomatologii

Porównując badania mechaniczne w tym przeglądzie systematycznym, można zauważyć, że drukowany tlenek cyrkonu może pod tym względem konkurować z cyrkonem frezowanym. Oczywistą zaletą jest to, że podczas stosowania techniki addytywnej nie dochodzi do ubytków materiału, ponieważ zużywamy tylko tyle materiału, ile jest potrzebne do wykonania danego uzupełnienia stałego.

Pomimo braku możliwości omówienia cen uzupełnień cyrkonowych w druku 3D, można stwierdzić, że użycie mniejszej ilości materiału i brak usuwania resztek z krążków jak w technologii subtrakcyjnej może prowadzić do wniosku, że uzupełnienia te będą w dłuższej perspektywie czasu tańsze od konwencjonalnych. Wytwarzanie ceramicznych uzupełnień stałych zostało znacznie ułatwione i przyspieszone dzięki pojawieniu się technologii CAD/CAM w stomatologii. W porównaniu z konwencjonalnymi laboratoryjnymi uzupełnieniami analogowymi, uzupełnienia dentystyczne frezowane cyfrowo można wykonać podczas jednej wizyty w gabinecie, oszczędzając czas, pieniądze i wysiłek [114]. W porównaniu do tradycyjnego wytwarzania wycisków z klasycznych mas protetycznych, cyfrowy przebieg pracy ma istotne zalety w przypadku protetyki stałej, w tym niższe koszty [115] i zwiększoną efektywność czasową [116]. Jeśli chodzi o opłacalność ceramiki wykonanej w technologii druku 3D, wciąż nie ma wystarczającej liczby prac poruszających ten temat, dlatego przyszłe prace w tym obszarze byłyby bardzo przydatne.

Po porównaniu danych testowych zawartych w wykonanym przeglądzie systematycznym i badaniach własnych można również zauważyć, że pod względem właściwości mechanicznych i mikrobiologicznych tlenek cyrkonu drukowany w technologii 3D może konkurować z konwencjonalnym tlenkiem cyrkonu.

Druk 3D jest wciąż nową technologią w stomatologii, a w szczególności druk z tlenku cyrkonu. Jest to technologia, która cały czas się rozwija i na rynku wciąż pojawiają się nowi producenci wykonujący elementy w tej technologii, a także wykorzystujący inne materiały, z których wykonywane mogą być uzupełnienia protetyczne. Jednym z takich materiałów jest dwukrzemian litu, który w ostatnim czasie również staje się coraz częściej używanym materiałem w stomatologii odtwórczej między innymi poprzez firmę Lithoz (Wien, Austria) [117].

6. Wnioski

W tym przeglądzie systematycznym opisano wiele artykułów, z których wszystkie dotyczyły dość dobrej jakości badań in vitro. Brakuje badań w tym zakresie, które odnosiłyby się do klinicznej przydatności zastosowania druku 3D w stomatologii. Zaletami druku 3D ceramiki jest szybsza produkcja, większa wydajność procesu i mniej odpadów materiałowych. Jeśli technologia przyrostowa może zapewnić większą adaptację kliniczną, wskazane będzie wykorzystanie jej do tworzenia trwałych uzupełnień ceramicznych. Sugeruje się prowadzenie dalszych badań w celu zwiększenia przydatności klinicznej stałych uzupełnień protetycznych wykonywanych tą technologią. Ważne jest, aby ocenić, która technologia druku i materiał jest najlepsza do produkcji koron ceramicznych, a następnie technologię tę należy ocenić w badaniach klinicznych.

Badanie parametrów mechanicznych może dostarczyć technicznego uzasadnienia do opracowania wskazań do szerszego zastosowania ceramiki drukowanej 3D w praktyce klinicznej.

Na podstawie przeprowadzonych badań wyciągnięto następujące wnioski:

1. Przeprowadzone badania i analizy wykazały, że przy 99% poziomie ufności ($p < 0,01$) właściwości mechaniczne ceramiki wytwarzanej technologią addytywną są statystycznie takie same jak ceramiki frezowanej cyrkonowej.
2. Badane ceramiki różnią się nieznacznie gęstością, a w technice addytywnej otrzymuje się materiał o mniejszej gęstości, jednak różnica w gęstości jest na tyle mała, że nie wpływa na właściwości mechaniczne.

3. Struktura geometryczna analizy powierzchni próbek zarówno z grupy subtraktywnej (SM), jak i addytywnej wykazuje jedynie niewielkie zmiany w pobliżu pęknięcia dla próbek z grupy AM. Zmiany te są jednak znikome. Wizualna mikroskopowa ocena postaci pęknięcia wykazuje istotne podobieństwa dla obu typów próbek.
4. Badanie właściwości mikrobiologicznych sugeruje możliwość szerszego wprowadzenia ceramiki drukowanej 3D do praktyki klinicznej. Przeprowadzone badania pomimo ukazania minimalnych różnic między wytwarzaniem biofilmu przez drobnoustroje dla obu grup wykazały, że przy 99% poziomie ufności ($p < 0,01$) adhezja szczepów bakteryjnych i grzybiczych użytych w badaniu jest statystycznie taka sama do ceramiki wytwarzanej technologią addytywną jak ceramiki frezowanej.
5. Drukowany tlenek cyrkonu posiada predyspozycje do konkurowania z tlenkiem cyrkonu wytwarzanym techniką ubytkową, jednak przed jego szerszym wprowadzeniem na rynek istnieje potrzeba wykonania dodatkowych badań mikrobiologicznych in vivo, a także większej ilości testów mechanicznych, które byłyby w stanie odwzorować warunki kliniczne panujące w jamie ustnej pacjenta.

7. Streszczenie

Wstęp

Tlenek cyrkonu jest jednym z najczęściej wykorzystywanych materiałów w produkcji protez stałych w stomatologii. Jest to spowodowane jego wysokimi wartościami parametrów mechanicznych, a także wysoką estetyką i biogodnością materiału. Najczęściej prace protetyczne z tlenku cyrkonu wykonywane są w technologii ubytkowej.

W ostatnich latach rozwój cyfryzacji pozwolił na wprowadzenie do stomatologii druku 3D. Technologia ta pierwotnie zarezerwowana głównie do etapów pośrednich coraz częściej jest wykorzystywana w pracy klinicznej. Jedną z nowości na rynku stomatologicznym jest wykonawstwo za pomocą technologii addytywnej elementów z tlenku cyrkonu. Materiał ten jednak musi spełniać te same wymagania, które są stawiane tlenkowi cyrkonu wykonywanemu w technologii subtraktywnej.

Cel pracy

1. Zebranie i usystematyzowanie dostępnej w piśmiennictwie wiedzy na podstawie badań *in vitro* dotyczących cech mechanicznych tlenku cyrkonu wykonywanego w technologii addytywnej.
2. Porównanie parametrów mechanicznych (wytrzymałość na zginanie, twardość) używając metaanalizy między tlenkiem cyrkonu wykonywanym addytywnie i subtraktywnie wśród dostępnej literatury, a także wyselekcjonowanie najczęściej używanego materiału i technologii druku 3D tlenku cyrkonu.
3. Analiza porównawcza tlenku cyrkonu wykonywanego addytywnie i subtraktywnie pod względem parametrów mechanicznych (wytrzymałość na zginanie, ściskanie, twardość, gęstość).
4. Analiza porównawcza tlenku cyrkonu wykonywanego addytywnie i subtraktywnie pod względem parametrów powierzchniowych (chropowatość, propagacja pęknięć).
5. Analiza porównawcza tlenku cyrkonu wykonywanego addytywnie i subtraktywnie pod względem intensywności wytwarzania biofilmu przez drobnoustroje na ich powierzchni.
6. Ocena możliwości wykorzystania tlenku cyrkonu drukowanego 3D jako materiału w przyszłości zastępującego tlenek cyrkonu wykonany w technologii subtraktywnej.

Materiały i metody

W badaniu porównano właściwości mechaniczne i fizyczne, określono topografię powierzchni tlenku cyrkonu wykonywanego metodą addytywną jak i frezowania, a także sprawdzono intensywność wytwarzania biofilmu na ich powierzchniach.

Dla określenia właściwości mechanicznych i fizycznych pierwotnie wykonano przegląd systematyczny wraz z metaanalizą ze względu na fakt, że parametry te wskazują na wytrzymałość materiałów. Przegląd przeprowadzono zgodnie z oświadczeniem i wytycznymi dotyczącymi raportowania PRISMA, a także wytycznymi zawartymi w Cochrane Handbook for Systematic Reviews of Interventions. W dniu 5 kwietnia 2023 roku przeprowadzono wyszukiwanie wyszukiwarek PubMed Central, Scopus, Web of Science i Embase z następującymi słowami kluczowymi: (zirconia) AND (additive manufacturing OR 3d-printing OR AM) AND (prosthodontics OR crown).

W badaniach mechanicznych określono wytrzymałość na zginanie wykonując 3 punktowy test na zginanie przy użyciu uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej (ElectroPuls E10000, Instron, USA), wytrzymałość na ściskanie wykonując test na ściskanie używając uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej (Instron 8850, Instron, USA) a także sprawdzono twardość dokonując pomiaru wg Vickersa przy użyciu uniwersalnej testera twardości (Wilson UH930, Buehler, Germany). Przy użyciu metody Archimedesza za pomocą laboratoryjnej wagi hydrostatycznej (ALZ60, AXIS, Poland) wykonano również pomiar gęstości dla obu materiałów.

W badaniach powierzchniowych określono strukturę geometryczną powierzchni określając chropowatość oraz propagacja pęknięć próbek. Do porównania obu tych cech użyto pomiarów i obrazów wykonanych za pomocą specjalistycznego mikroskopu laboratoryjnego (DCM8, Leica Microsystems, Germany).

W badaniach mikrobiologicznych określono intensywność wytwarzania biofilmu na powierzchni badanych próbek poprzez umieszczenie ich w 5 najczęściej występujących szczepach drobnoustrojów w jamie ustnej (*Staphylococcus aureus* ATCC 25923, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, *Streptococcus mutans* ATCC 35668 oraz *Candida albicans* ATCC 10231) i porównanie adhezji za pomocą metody jakościowej wg Richardsa i ilościowej wg Mączyńskiej i wsp.

Wyniki

Wykonując przegląd systematyczny strategia wyszukiwania zidentyfikowała 686 potencjalnych artykułów, w tym 243 z PubMed Central, 177 z Embase, 200 z Web Of Science i 66 z Scopus. Ostatecznie analizie jakościowej poddano 19 prac, z czego wszystkie włączone badania były wyłącznie eksperymentalnymi badaniami in vitro. Następnie dokonano dwóch metaanaliz dwóch najczęściej badanych cech wytrzymałościowych, z których pierwszą była wytrzymałość na zginanie. Z wyników metaanalizy wynika, że ceramika wytwarzana metodą addytywną charakteryzuje się w sumie mniejszą wytrzymałością na zginanie, jednak różnica ta jest nieistotna statystycznie w stosunku do ceramiki wytwarzanej metodą subtraktywną. Należy jednak stwierdzić, że fakt, że badania różnią się od siebie znacząco wymiarami przedmiotu, rodzajem ceramiki i niewielkim wyposażeniem badawczym, co wpływa na ich niejednorodność. Kolejną cechą poddaną metaanalizie była twardość materiałów. Na podstawie wyników tej metaanalizy nie stwierdzono istotnej różnicy pomiędzy rodzajem ceramiki pod względem danej cechy. Istnieje jednak również znacząca niejednorodność wynikająca z podobnych powodów, które wymieniono przy pierwszej metaanalizie.

Do analizy porównawczej badań mechanicznych wykorzystano test t-studenta przy poziomie istotności $p < 0.01$. Wytrzymałość na zginanie w przypadku grupy SM wynosiła ona 688 ± 100 MPa, a w grupie AM 813 ± 265 MPa. Wytrzymałość na ściskanie w grupie SM wynosiła 3.99 ± 0.65 GPa, a w grupie AM 4.15 ± 0.53 GPa. Mimo, że różnice w wynikach obu tych cech występują, przy zadanym poziomie istotności nie są one istotne statystycznie. Dla obu tych wytrzymałości wykonano również pomiary modułów Younga, który również nie wykazał istotnych statystycznie różnic między materiałami. Przy badaniu gęstości w grupie SM średnia wartość wynosiła 6.056 ± 0.031 g/cm³, a w grupie AM 6.003 ± 0.035 g/cm³. Analiza statyczna o poziomie istotności $p < 0,01$ wskazała, że różnice w gęstościach materiałów były istotne statystycznie. W badaniu twardości wg Vickersa grupa SM wykazała niższe wartości niż grupa AM, odpowiednio 1285 ± 30 HV i 1319 ± 23 HV, jednakże estymowane średnie statystycznie dla obu materiałów nie różnią się między sobą.

Badanie struktury geometrycznej powierzchni wykazało, że próbki wykonane addytywnie (AM group) i subtraktywnie (SM group) posiadają jedynie niewielkie zmiany w pobliżu pęknięcia w przypadku próbek z grupy AM, zmiany te są jednak

minimalne. Podczas badania formy pęknięcia pod mikroskopem, można dostrzec zauważalne podobieństwa pomiędzy obydwoma typami materiałów.

Do analizy porównawczej badań mikrobiologicznych również wykorzystano test t-studenta przy poziomie istotności $p < 0.01$. Wykonując pomiar metody jakościowej jeden ze szczepów - szczep *C. albicans* zaklasyfikowano jako bardzo silnie tworzący biofilm (+++), jednak nie obserwowano istotnych różnic pomiędzy cyrkonem drukowanym 3D a cyrkonem frezowanym. Słabsze wytwarzanie biofilmu obserwowano w przypadku wykorzystanych w badaniu szczepów bakteryjnych, gdzie również nie odnotowano istotnych różnic w tworzeniu się biofilmu zarówno na powierzchni tlenku cyrkonu drukowanego 3D jak i tlenku cyrkonu frezowanego. Wyniki metody ilościowej korespondowały z wynikami metody jakościowej, wykazując nieznacznie większe odkładanie się biofilmu na powierzchni tlenku cyrkonu wykonanego w technologii druku 3D, jednak różnica ta nie była istotna statystycznie.

Wnioski:

1. Właściwości mechaniczne tlenku cyrkonu wytwarzanego technologią addytywną są statystycznie takie same jak frezowanego.
2. Badane ceramiki różnią się nieznacznie gęstością, gdyż w technice addytywnej otrzymuje się materiał o nieco mniejszej gęstości, jednak różnica ta jest na tyle mała, że nie wpływa na właściwości mechaniczne.
3. Analiza struktury geometrycznej powierzchni próbek zarówno z grupy subtraktywnej (SM) jak i addytywnej wykazuje jedynie niewielkie zmiany w pobliżu pęknięcia dla próbek z grupy AM, zmiany te są jednak znikome. Wizualna mikroskopowa ocena postaci pęknięcia wykazuje istotne podobieństwa dla obu typów próbek.
4. Przeprowadzone badania pomimo ukazania minimalnych różnic między wytwarzaniem biofilmu przez drobnoustroje dla obu grup wykazały, że adhezja szczepów bakteryjnych i grzybiczych użytych w badaniu jest statystycznie taka sama do ceramiki wytwarzanej technologią addytywną jak ceramiki frezowanej.
5. Drukowany tlenek cyrkonu posiada predyspozycje do konkurowania z tlenkiem cyrkonu wytwarzanym techniką ubytkową, jednak przed jego szerszym wprowadzeniem na rynek istnieje potrzeba wykonania dodatkowych badań in vivo, które byłyby w stanie odwzorować warunki kliniczne panujące w jamie ustnej pacjenta.

8. Abstract

Introduction

Zirconium oxide is one of the most frequently used materials in the production of fixed dentures in dentistry. This is due to its high values of mechanical parameters, as well as high aesthetics and biocompatibility of the material. Most often, prosthetic works made of zirconium oxide are performed using subtractive technology.

In recent years, the development of digitalization has allowed the introduction of 3D printing into dentistry. This technology, originally reserved mainly for intermediate stages, is increasingly used in clinical work. One of the novelties on the dental market is the production of zirconium oxide elements using additive technology. However, this material must meet the same requirements as those for zirconium oxide made using subtractive technology.

Aims of study

1. Collecting and systematizing the knowledge available in the literature based on in vitro tests on the mechanical properties of zirconium oxide made using additive technology.
2. Comparison of mechanical parameters (bending strength, hardness) using a meta-analysis between additive and subtractive zirconium oxide among the available literature, as well as selection of the most frequently used material and technology for 3D printing zirconium oxide.
3. Comparative analysis of additive and subtractive zirconium oxide in terms of mechanical parameters (bending strength, compressive strength, hardness, density).
4. Comparative analysis of additive and subtractive zirconium oxide in terms of surface parameters (roughness, crack propagation).
5. Comparative analysis of additive and subtractive zirconium oxide in terms of the intensity of biofilm production by microorganisms on their surface.
6. Assessment of the possibility of using 3D printed zirconium oxide as a material replacing zirconium oxide made using subtractive technology in the future.

Materials and methods

The study compared mechanical and physical properties, determined the surface topography of zirconium oxide made using the additive and milling methods, and checked the intensity of biofilm formation on their surfaces.

To determine the mechanical and physical properties, a systematic review and meta-analysis were initially performed due to the fact that these parameters indicate the strength of materials. The review was conducted in accordance with the PRISMA reporting statement and guidelines, as well as those in the Cochrane Handbook for Systematic Reviews of Interventions. On April 5, 2023, a search was performed on PubMed Central, Scopus, Web of Science and Embase with the following keywords: (zirconia) AND (additive manufacturing OR 3d-printing OR AM) AND (prosthodontics OR crown).

In the mechanical tests, the bending strength was determined by performing a 3-point bending test using a universal testing machine (ElectroPuls E10000, Instron, USA), the compressive strength was determined by performing a compression test using a universal testing machine (Instron 8850, Instron, USA) and the hardness was also checked. by measuring according to Vickers using a universal hardness tester (Wilson UH930, Buehler, Germany). Density measurement for both materials was also performed using the Archimedes method using a laboratory hydrostatic balance (ALZ60, AXIS, Poland).

In surface tests, the geometric structure of the surface was determined by determining the roughness and crack propagation of the samples. Measurements and images taken using a specialized laboratory microscope (DCM8, Leica Microsystems, Germany) were used to compare both of these features.

In microbiological tests, the intensity of biofilm formation on the surface of the tested samples was determined by placing them in the 5 most common strains of microorganisms in the oral cavity (*Staphylococcus aureus* ATCC 25923, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, *Streptococcus mutans* ATCC 35668 and *Candida albicans* ATCC 10231) and comparison of adhesion using the qualitative method according to Richards and the quantitative method according to Mączyńska et al.

Results

Performing a systematic review, the search strategy identified 686 potential articles, including 243 from PubMed Central, 177 from Embase, 200 from Web Of Science, and 66 from Scopus. Ultimately, 19 studies were subjected to qualitative analysis, of which all included studies were exclusively in vitro experimental studies. Then, two meta-analyses of the two most frequently studied strength characteristics were performed, the first of which was bending strength. The results of the meta-analysis show that ceramics manufactured using the additive method are generally characterized by lower bending strength, but this difference is statistically insignificant compared to ceramics manufactured using the subtractive method. However, it should be stated that the fact that the studies differ significantly in terms of the dimensions of the object, the type of ceramics and small research equipment, which affects their heterogeneity. Another feature subjected to meta-analysis was the hardness of materials. Based on the results of this meta-analysis, there was no significant difference between the types of ceramics in terms of a given feature. However, there is also significant heterogeneity due to similar reasons mentioned in the first meta-analysis.

For the comparative analysis of mechanical tests, the student's t-test was used with a significance level of $p < 0.01$. The bending strength in the SM group was 688 ± 100 MPa, and in the AM group 813 ± 265 MPa. The compressive strength in the SM group was 3.99 ± 0.65 GPa, and in the AM group 4.16 ± 0.53 GPa. Although there are differences in the results of both these features, they are not statistically significant at a given level of significance. Young's modulus measurements were also performed for both of these strengths, which also showed no statistically significant differences between the materials. When testing the density in the SM group, the average value was 6.056 ± 0.031 g/cm³, and in the SM group 6.003 ± 0.035 g/cm³. Static analysis with a significance level of $p < 0.01$ indicated that the differences in material densities were statistically significant. In the Vickers hardness test, the SM group showed lower values than the AM group, 1285 ± 30 HV and 1319 ± 23 HV, respectively, however, the estimated statistical means for both materials do not differ from each other.

The examination of the geometric structure of the surface showed that samples made additively (AM group) and subtractively (SM group) have only minor changes near the crack in the case of samples from the AM group, but these

changes are minimal. When examining the crack form under a microscope, you can see noticeable similarities between both types of materials.

The student's t-test was also used for comparative analysis of microbiological tests with a significance level of $p < 0.01$. By measuring the qualitative method, one of the strains - the *C. albicans* strain was classified as very strongly forming biofilm (+++), however, no significant differences were observed between 3D printed zirconia and milled zirconia. Weaker biofilm formation was observed in the case of the bacterial strains used in the study, where no significant differences in biofilm formation were noted either on the surface of 3D printed zirconium oxide or milled zirconium oxide. The results of the quantitative method corresponded to the results of the qualitative method, showing slightly greater biofilm deposition on the surface of zirconium oxide made using 3D printing technology, but this difference was not statistically significant.

Conclusions:

1. The mechanical properties of ceramics manufactured using additive technology are statistically the same as those of milled zirconium oxide ceramics.
2. The tested ceramics differ slightly in density, because in the additive technique a material with a slightly lower density is obtained, but this difference is so small that it does not affect the mechanical properties.
3. Analysis of the geometric structure of the surface of samples from both the subtractive (SM) and additive groups shows only minor changes near the crack for samples from the AM group, but these changes are negligible. Visual microscopic assessment of the crack shape shows significant similarities for both types of samples.
4. The conducted research, despite showing minimal differences between the production of biofilm by microorganisms for both groups, showed that the adhesion of the bacterial and fungal strains used in the study is statistically the same to ceramics produced using additive technology as to milled ceramics.
5. Printed zirconium oxide has the potential to compete with zirconium oxide produced using the cavity technique, but before its wider introduction to the market, there is a need to perform additional in vivo tests that would be able to reproduce the clinical conditions prevailing in the patient's oral cavity.

9. Piśmiennictwo

1. Ashby MF, Jones DRH: „Materiały inżynierskie - właściwości i zastosowanie.” Wyd. Naukowo-Techniczne, Warszawa 1995
2. Bączkowski B, Wojtyńska E, Ziębowicz A. Ceramika dentystyczna – od czasów prehistorycznych do technologii CAD/CAM. Dental Forum. 31 maj 2016;44:59–62.
3. Kelly JR, Nishimura I, Campbell SD. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. J Prosthet Dent. styczeń 1996;75(1):18–32.
4. Johnson WW. The history of prosthetic dentistry. The Journal of Prosthetic Dentistry. 1 wrzesień 1959;9(5):841–6.
5. Hammerle Ch. i wsp.: „Ceramika dentystyczna.” Wyd. Kwintesencja, Warszawa 2008
6. R AN, Gupta R, Weber DDS. Zirconia Biomaterials. W: StatPearls [Internet]. Treasure Island (FL): StatPearls Publishing; 2024
7. Eichstaedt I, Lengren Z. Księga Pierwiastków, Jerzy Kuryłowicz (red.), Wiedza Powszechna, 1973, s. 269-270
8. Mohammadzadeh B, Jung S, Lee TH, Le QV, Cha JH, Jang HW, i in. Manufacturing ZrB₂-SiC-TaC Composite: Potential Application for Aircraft Wing Assessed by Frequency Analysis through Finite Element Model. Materials (Basel). 12 maj 2020;13(10):2213.
9. Moreira A, Freitas F, Marques D, Caramês J. Aesthetic Rehabilitation of a Patient with Bruxism Using Ceramic Veneers and Overlays Combined with Four-Point Monolithic Zirconia Crowns for Occlusal Stabilization: A 4-Year Follow-Up. Case Rep Dent. 2019;2019:1640563.
10. Hardan L, Mancino D, Bourgi R, Cuevas-Suárez CE, Lukomska-Szymanska M, Zarow M, i in. Treatment of Tooth Wear Using Direct or Indirect Restorations: A Systematic Review of Clinical Studies. Bioengineering (Basel). 27 lipiec 2022;9(8):346.
11. von Stein-Lausnitz M, Mehnert A, Bruhnke M, Sterzenbach G, Rosentritt M, Spies BC, i in. Direct or Indirect Restoration of Endodontically Treated Maxillary Central Incisors with Class III Defects? Composite vs Veneer or Crown Restoration. J Adhes Dent. 2018;20(6):519–26.

12. Zimmerli B, Strub M, Jeger F, Stadler O, Lussi A. Composite materials: composition, properties and clinical applications. A literature review. *Schweiz Monatsschr Zahnmed.* 1 styczeń 2010;120(11):972–86.
13. Macura-Karbownik A, Chladek G, Żmudzki J, Kasperski J. Chewing efficiency and occlusal forces in PMMA, acetal and polyamide removable partial denture wearers. *Acta Bioeng Biomech.* 2016;18(1):137–44.
14. Wang B, Huang M, Dang P, Xie J, Zhang X, Yan X. PEEK in Fixed Dental Prostheses: Application and Adhesion Improvement. *Polymers (Basel).* 8 czerwiec 2022;14(12):2323.
15. Donovan TE. Factors essential for successful all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc.* wrzesień 2008;139 Suppl:14S-18S.
16. Santos MJMC, Costa MD, Rubo JH, Pegoraro LF, Santos GC. Current all-ceramic systems in dentistry: a review. *Compend Contin Educ Dent.* styczeń 2015;36(1):31–7; quiz 38, 40.
17. Paniz G, Kim Y, Abualsaud H, Hirayama H. Influence of framework design on the cervical color of metal ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* listopad 2011;106(5):310–8.
18. Holman CD, Lien W, Gallardo FF, Vandewalle KS. Assessing Flexural Strength Degradation of New Cubic Containing Zirconia Materials. *J Contemp Dent Pract.* 1 luty 2020;21(2):114–8.
19. Guess PC, Att W, Strub JR. Zirconia in fixed implant prosthodontics. *Clin Implant Dent Relat Res.* październik 2012;14(5):633–45.
20. Mijiritsky E, Elad A, Krausz R, Ivanova V, Zlatev S. Clinical performance of full-arch implant-supported fixed restorations made of monolithic zirconia luted to a titanium bar: A retrospective study with a mean follow-up of 16 months. *J Dent.* październik 2023;137:104675.
21. Hanawa T. Zirconia versus titanium in dentistry: A review. *Dent Mater J.* 31 styczeń 2020;39(1):24–36.
22. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res.* październik 2013;57(4):236–61.
23. Kaizer MR, Kolakarnprasert N, Rodrigues C, Chai H, Zhang Y. Probing the interfacial strength of novel multi-layer zirconias. *Dent Mater.* styczeń 2020;36(1):60–7.

24. Camargo B, Willems E, Jacobs W, Van Landuyt K, Peumans M, Zhang F, i in. 3D printing and milling accuracy influence full-contour zirconia crown adaptation. *Dent Mater.* grudzień 2022;38(12):1963–76.
25. Abualsaud R, Alalawi H. Fit, Precision, and Trueness of 3D-Printed Zirconia Crowns Compared to Milled Counterparts. *Dent J (Basel).* 11 listopad 2022;10(11):215.
26. Altan B, Cinar S, Tuncelli B. Evaluation of shear bond strength of zirconia-based monolithic CAD-CAM materials to resin cement after different surface treatments. *Niger J Clin Pract.* listopad 2019;22(11):1475–82.
27. Kelly JR. Developing meaningful systematic review of CAD/CAM reconstructions and fiber-reinforced composites. *Clin Oral Implants Res.* czerwiec 2007;18 Suppl 3:205–17.
28. Baba NZ, Goodacre BJ, Goodacre CJ, Müller F, Wagner S. CAD/CAM Complete Denture Systems and Physical Properties: A Review of the Literature. *J Prosthodont.* maj 2021;30(S2):113–24.
29. Davidowitz G, Kotick PG. The use of CAD/CAM in dentistry. *Dent Clin North Am.* lipiec 2011;55(3):559–70, ix.
30. Cui X, Shen Z, Wang X. Esthetic appearances of anatomic contour zirconia crowns made by additive wet deposition and subtractive dry milling: A self-controlled clinical trial. *J Prosthet Dent.* marzec 2020;123(3):442–8.
31. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* marzec 2008;24(3):299–307.
32. Tsalouchou E, Cattell MJ, Knowles JC, Pittayachawan P, McDonald A. Fatigue and fracture properties of yttria partially stabilized zirconia crown systems. *Dent Mater.* marzec 2008;24(3):308–18.
33. Yeung M, Abdulmajeed A, Carrico CK, Deeb GR, Bencharit S. Accuracy and precision of 3D-printed implant surgical guides with different implant systems: An in vitro study. *J Prosthet Dent.* czerwiec 2020;123(6):821–8.
34. Dioguardi M, Spirito F, Quarta C, Sovereto D, Basile E, Ballini A, i in. Guided Dental Implant Surgery: Systematic Review. *J Clin Med.* 13 luty 2023;12(4):1490.
35. Haynie AS, English JD, Paravina RD, Moon A, Hanigan J, Abu Al Tamn MA, i in. Colour stability of 3D-printed resin orthodontic brackets. *J Orthod.* wrzesień 2021;48(3):241–9.

36. Tartaglia GM, Mapelli A, Maspero C, Santaniello T, Serafin M, Farronato M, i in. Direct 3D Printing of Clear Orthodontic Aligners: Current State and Future Possibilities. *Materials (Basel)*. 5 kwiecień 2021;14(7):1799.
37. Anadioti E, Musharbash L, Blatz MB, Papavasiliou G, Kamposiora P. 3D printed complete removable dental prostheses: a narrative review. *BMC Oral Health*. 27 listopad 2020;20(1):343.
38. Kihara H, Sugawara S, Yokota J, Takafuji K, Fukazawa S, Tamada A, i in. Applications of three-dimensional printers in prosthetic dentistry. *J Oral Sci*. 29 czerwiec 2021;63(3):212–6.
39. Lee HB, Bea EJ, Lee WS, Kim JH. Trueness of stereolithography ZrO₂ crowns with different build directions. *Dent Mater J*. 31 styczeń 2023;42(1):42–8.
40. Li X, Zhong H, Zhang J, Duan Y, Li J, Jiang D. Fabrication of zirconia all-ceramic crown via DLP-based stereolithography. *International Journal of Applied Ceramic Technology*. 5 grudzień 2019;17.
41. Stansbury JW, Idacavage MJ. 3D printing with polymers: Challenges among expanding options and opportunities. *Dent Mater*. styczeń 2016;32(1):54–64.
42. Gatto ML, Groppo R, Furlani M, Giuliani A, Mangano C, Mangano F. Lithography-based Ceramic Manufacturing (LCM) versus Milled Zirconia Blocks under uniaxial compressive loading: An in vitro comparative study. *J Dent*. styczeń 2022;116:103886.
43. Son M, Raju K, Lee J, Jung J, Jeong S, Kim J in, i in. 3D Printing of CNT- and YSZ-Added Dental Resin-Based Composites by Digital Light Processing and Their Mechanical Properties. *Materials*. styczeń 2023;16(5):1873.
44. Branco AC, Silva R, Santos T, Jorge H, Rodrigues AR, Fernandes R, i in. Suitability of 3D printed pieces of nanocrystalline zirconia for dental applications. *Dent Mater*. marzec 2020;36(3):442–55.
45. Revilla-León M, Methani MM, Morton D, Zandinejad A. Internal and marginal discrepancies associated with stereolithography (SLA) additively manufactured zirconia crowns. *J Prosthet Dent*. grudzień 2020;124(6):730–7.
46. Conti L, Bienenstein D, Borlaf M, Graule T. Effects of the Layer Height and Exposure Energy on the Lateral Resolution of Zirconia Parts Printed by Lithography-Based Additive Manufacturing. *Materials*. styczeń 2020;13(6):1317.

47. Miura S, Shinya A, Ishida Y, Fujisawa M. Mechanical and surface properties of additive manufactured zirconia under the different building directions. *J Prosthodont Res.* 31 lipiec 2023;67(3):410–7.
48. Branco AC, Colaço R, Figueiredo-Pina CG, Serro AP. Recent Advances on 3D-Printed Zirconia-Based Dental Materials: A Review. *Materials (Basel).* 24 luty 2023;16(5):1860.
49. Unkovskiy A, Schmidt F, Beuer F, Li P, Spintzyk S, Kraemer Fernandez P. Stereolithography vs. Direct Light Processing for Rapid Manufacturing of Complete Denture Bases: An In Vitro Accuracy Analysis. *J Clin Med.* 4 marzec 2021;10(5):1070.
50. Bergler M, Korostoff J, Torrecillas-Martinez L, Mante FK. Ceramic Printing - Comparative Study of the Flexural Strength of 3D Printed and Milled Zirconia. *Int J Prosthodont.* 2022;35(6):777–83.
51. Nakai H, Inokoshi M, Nozaki K, Komatsu K, Kamijo S, Liu H, i in. Additively Manufactured Zirconia for Dental Applications. *Materials (Basel).* 1 lipiec 2021;14(13):3694.
52. Revilla-León M, Al-Haj Husain N, Barmak AB, Pérez-López J, Raigrodski AJ, Özcan M. Chemical Composition and Flexural Strength Discrepancies Between Milled and Lithography-Based Additively Manufactured Zirconia. *J Prosthodont.* grudzień 2022;31(9):778–83.
53. Zenthöfer A, Schwindling FS, Schmitt C, Ilani A, Zehender N, Rammelsberg P, i in. Strength and reliability of zirconia fabricated by additive manufacturing technology. *Dent Mater.* październik 2022;38(10):1565–74.
54. Zhai Z, Sun J. Research on the low-temperature degradation of dental zirconia ceramics fabricated by stereolithography. *J Prosthet Dent.* październik 2023;130(4):629–38.
55. Lerner H, Nagy K, Pranno N, Zarone F, Admakin O, Mangano F. Trueness and precision of 3D-printed versus milled monolithic zirconia crowns: An in vitro study. *J Dent.* październik 2021;113:103792.
56. Buso L, Oliveira-Júnior OB, Hiroshi Fujij F, Leão Lombardo GH, Ramalho Sarmiento H, Campos F, i in. Biaxial flexural strength of CAD/CAM ceramics. *Minerva Stomatol.* czerwiec 2011;60(6):311–9.

57. Zahran M, El-Mowafy O, Tam L, Watson PA, Finer Y. Fracture strength and fatigue resistance of all-ceramic molar crowns manufactured with CAD/CAM technology. *J Prosthodont.* lipiec 2008;17(5):370–7.
58. Limpuangthip N, Poosanthanasarn E, Salimee P. Surface Roughness and Hardness of CAD/CAM Ceramic Materials after Polishing with a Multipurpose Polishing Kit: An In Vitro Study. *Eur J Dent.* październik 2023;17(4):1075–83.
59. Liebermann A, Schultheis A, Faber F, Rammelsberg P, Rues S, Schwindling FS. Impact of post printing cleaning methods on geometry, transmission, roughness parameters, and flexural strength of 3D-printed zirconia. *Dent Mater.* lipiec 2023;39(7):625–33.
60. Buj-Corral I, Vidal D, Tejo-Otero A, Padilla JA, Xuriguera E, Fenollosa-Artés F. Characterization of 3D Printed Yttria-Stabilized Zirconia Parts for Use in Prostheses. *Nanomaterials (Basel).* 3 listopad 2021;11(11):2942.
61. Revilla-León M, Al-Haj Husain N, Ceballos L, Özcan M. Flexural strength and Weibull characteristics of stereolithography additive manufactured versus milled zirconia. *J Prosthet Dent.* kwiecień 2021;125(4):685–90.
62. Schünemann FH, Galárraga-Vinueza ME, Magini R, Fredel M, Silva F, Souza JCM, i in. Zirconia surface modifications for implant dentistry. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* maj 2019;98:1294–305.
63. Tuominen H, Rautava J. Oral Microbiota and Cancer Development. *Pathobiology.* 2021;88(2):116–26.
64. Abranches J, Zeng L, Kajfasz JK, Palmer SR, Chakraborty B, Wen ZT, i in. Biology of Oral Streptococci. *Microbiol Spectr.* październik 2018;6(5).
65. Antinori S, Milazzo L, Sollima S, Galli M, Corbellino M. Candidemia and invasive candidiasis in adults: A narrative review. *Eur J Intern Med.* październik 2016;34:21–8.
66. Kyung KY, Park JM, Heo SJ, Koak JY, Kim SK, Ahn JS, i in. Comparative analysis of flexural strength of 3D printed and milled 4Y-TZP and 3Y-TZP zirconia. *J Prosthet Dent.* 11 styczeń 2024;S0022-3913(23)00839-9.
67. Poole SF, Pitondo-Silva A, Oliveira-Silva M, Moris ICM, Gomes EA. Influence of different ceramic materials and surface treatments on the adhesion of *Prevotella intermedia*. *J Mech Behav Biomed Mater.* listopad 2020;111:104010.

68. Page MJ, McKenzie JE, Bossuyt PM, Boutron I, Hoffmann TC, Mulrow CD, i in. The PRISMA 2020 statement: an updated guideline for reporting systematic reviews. *BMJ*. 29 marzec 2021;372:n71.
69. Beller EM, Glasziou PP, Altman DG, Hopewell S, Bastian H, Chalmers I, i in. PRISMA for Abstracts: reporting systematic reviews in journal and conference abstracts. *PLoS Med*. 2013;10(4):e1001419.
70. Rethlefsen ML, Kirtley S, Waffenschmidt S, Ayala AP, Moher D, Page MJ, i in. PRISMA-S: an extension to the PRISMA Statement for Reporting Literature Searches in Systematic Reviews. *Systematic Reviews*. 26 styczeń 2021;10(1):39.
71. Cumpston M, Li T, Page MJ, Chandler J, Welch VA, Higgins JP, i in. Updated guidance for trusted systematic reviews: a new edition of the Cochrane Handbook for Systematic Reviews of Interventions. *Cochrane Database Syst Rev*. 3 październik 2019;10(10):ED000142.
72. Sackett D, Richardson W, Rosenberg W, Haynes. *Evidence-Based Medicine. How to Practice and Teach EBM*. Evidence-Based Medicine. Churchill Livingstone. 1 styczeń 2005;2.
73. Abualsaud R, Abussaud M, Assudmi Y, Aljoaib G, Khaled A, Alalawi H, i in. Physiomechanical and Surface Characteristics of 3D-Printed Zirconia: An In Vitro Study. *Materials*. 2022;15(19).
74. Baysal N, Tuğba Kalyoncuoğlu Ü, Ayyıldız S. Mechanical Properties and Bond Strength of Additively Manufactured and Milled Dental Zirconia: A Pilot Study. *J Prosthodont*. sierpień 2022;31(7):629–34.
75. Jang KJ, Kang JH, Fisher JG, Park SW. Effect of the volume fraction of zirconia suspensions on the microstructure and physical properties of products produced by additive manufacturing. *Dent Mater*. maj 2019;35(5):e97–106.
76. Li R, Wang Y, Hu M, Wang Y, Xv Y, Liu Y, i in. Strength and Adaptation of Stereolithography-Fabricated Zirconia Dental Crowns: An In Vitro Study. *Int J Prosthodont*. 2019;32(5):439–43.
77. Ma Q, Ding Q, Zhang L, Sun Y, Xie Q. Surface Characteristics and Flexural Strength of Porous-Surface Designed Zirconia Manufactured via Stereolithography. *J Prosthodont*. kwiecień 2023;32(4):e81–9.

78. Osman RB, van der Veen AJ, Huiberts D, Wismeijer D, Alharbi N. 3D-printing zirconia implants; a dream or a reality? An in-vitro study evaluating the dimensional accuracy, surface topography and mechanical properties of printed zirconia implant and discs. *J Mech Behav Biomed Mater.* listopad 2017;75:521–8.
79. Uçar Y, Aysan Meriç İ, Ekren O. Layered Manufacturing of Dental Ceramics: Fracture Mechanics, Microstructure, and Elemental Composition of Lithography-Sintered Ceramic. *J Prosthodont.* styczeń 2019;28(1):e310–8.
80. Wang B, Arab A, Xie J, Chen P. The Influence of Microstructure on the Flexural Properties of 3D Printed Zirconia Part via Digital Light Processing Technology. *Materials.* styczeń 2022;15(4):1602.
81. Zandinejad A, Das O, Barmak AB, Kuttolamadom M, Revilla-León M. The Flexural Strength and Flexural Modulus of Stereolithography Additively Manufactured Zirconia with Different Porosities. *J Prosthodont.* czerwiec 2022;31(5):434–40.
82. Zandinejad A, Methani MM, Schneiderman ED, Revilla-León M, Bds DM. Fracture Resistance of Additively Manufactured Zirconia Crowns when Cemented to Implant Supported Zirconia Abutments: An in vitro Study. *J Prosthodont.* październik 2019;28(8):893–7.
83. Del Re AC. A Practical Tutorial on Conducting Meta-Analysis in R. *TQMP.* 1 luty 2015;11(1):37–50.
84. Higgins JPT, Thompson SG. Quantifying heterogeneity in a meta-analysis. *Statistics in Medicine.* 2002;21(11):1539–58.
85. Egger M, Smith GD, Schneider M, Minder C. Bias in meta-analysis detected by a simple, graphical test. *British Medical Journal.* 1997;315(7109):629–34.
86. *Plastics—Methods for Determining the Density of Non-Porous Plastics—Part 1: Immersion Method, Liquid Pycnometer Method and Titration Method.* ISO 1183-1; Geneva, Switzerland: 2019.
87. *Geometrical Product Specifications (GPS). Surface Texture: Areal—Part 2: Terms, Definitions and Surface Texture Parameters.* ISO 25178; Geneva, Switzerland: 2021.

88. Richards SR, Turner RJ. A comparative study of techniques for the examination of biofilms by scanning electron microscopy. *Water Res.* 1984, 18, 676–773.
89. Maczynska B, Neumann K, Junka A, Smutnicka D, Secewicz A, Bartoszewicz M, Wojkowska-Mach J, Sekowska A, Gospodarek E, Burdynowski K. Analysis of properties related to selection and survival in hospital environment of *Klebsiella* strains isolated from nosocomial outbreaks. *Forum Zakaz.* 2013,4,77–97.
90. Statistical Interpretation of Data. Techniques of Estimation and Tests Relating to Means and Variances. ISO 2854; Geneva, Switzerland: 1976.
91. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *Journal of Prosthodontic Research.* 2013;57(4):236–61.
92. Denry I, Abdelaal M, Dawson DV, Holloway JA, Kelly JR. Effect of crystalline phase assemblage on reliability of 3Y-TZP. *Journal of Prosthetic Dentistry.* 2021;126(2):238–47.
93. Stawarczyk B, Özcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hämmerlet CHF. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. *Clinical Oral Investigations.* 2013;17(1):269–74.
94. Pereira GKR, Fraga S, Montagner AF, Soares FZM, Kleverlaan CJ, Valandro LF. The effect of grinding on the mechanical behavior of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analyses. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials.* 2016;63:417–42.
95. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *Journal of Dentistry.* 2006;34(3):195–206.
96. Denry IL, Holloway JA. Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics. *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials.* 2006;76(2):440–8.
97. Monaco C, Tucci A, Esposito L, Scotti R. Microstructural changes produced by abrading Y-TZP in presintered and sintered conditions. *Journal of Dentistry.* 2013;41(2):121–6.

98. Sim JH, Koo BK, Jung M, Kim DS. Study on Debinding and Sintering Processes for Ceramics Fabricated Using Digital Light Processing (DLP) 3D Printing. *Processes*. 2022;10(11).
99. Lughì V, Sergo V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dental Materials*. 2010;26(8):807–20.
100. Schneider J, Begand S, Kriegel R, Kaps C, Glien W, Oberbach T. Low-temperature aging behavior of alumina-toughened zirconia. *Journal of the American Ceramic Society*. 2008;91(11):3613–8.
101. Tsubakino H, Sonoda K, Nozato R. Martensite transformation behaviour during isothermal ageing in partially stabilized zirconia with and without alumina addition. *Journal of Materials Science Letters*. 1993;12(3):196–8.
102. Lu Y, Wang L, Dal Piva AMO, Tribst JPM, Nedeljkovic I, Kleverlaan CJ, et al. Influence of surface finishing and printing layer orientation on surface roughness and flexural strength of stereolithography-manufactured dental zirconia. *J Mech Behav Biomed Mater*. lipiec 2023;143:105944.
103. Opalinska A, Malka I, Dzwolak W, Chudoba T, Presz A, Lojkowski W. Size-dependent density of zirconia nanoparticles. *Beilstein J Nanotechnol*. 2015;6:27–35.
104. Zijngé V, van Leeuwen MBM, Degener JE, Abbas F, Thurnheer T, Gmür R, et al. Oral biofilm architecture on natural teeth. *PLoS One*. 2010 Feb 24;5(2):e9321.
105. Patel M. Oral Cavity and *Candida albicans*: Colonisation to the Development of Infection. *Pathogens*. 2022 Mar 10;11(3):335.
106. Zupancic Cepic L, Dvorak G, Piehslinger E, Georgopoulos A. In vitro adherence of *Candida albicans* to zirconia surfaces. *Oral Diseases*. 2020;26(5):1072–80.
107. Scotti R, Zanini Kantorski K, Scotti N, Monaco C, Valandro LF, Bottino MA. Early biofilm colonization on polished- and glazed-zirconium ceramic surface. Preliminary results. *Minerva Stomatol*. 2006 Sep;55(9):493–502.

108. Jaeggi M, Gyr S, Astasov-Frauenhoffer M, Zitzmann NU, Fischer J, Rohr N. Influence of different zirconia surface treatments on biofilm formation in vitro and in situ. *Clin Oral Implants Res.* 2022 Apr;33(4):424–32.
109. Khattar A, Alghafli JA, Muheef MA, Alsalem AM, Al-Dubays MA, AlHussain HM, et al. Antibiofilm Activity of 3D-Printed Nanocomposite Resin: Impact of ZrO₂ Nanoparticles. *Nanomaterials.* 2023 Jan;13(3):591.
110. Arweiler NB, Netuschil L. The Oral Microbiota. *Adv Exp Med Biol.* 2016;902:45–60.
111. Wiessner A, Wassmann T, Wiessner JM, Schubert A, Wiechens B, Hampe T, et al. In Vivo Biofilm Formation on Novel PEEK, Titanium, and Zirconia Implant Abutment Materials. *Int J Mol Sci.* 2023 Jan 16;24(2):1779.
112. Chiou LL, Panariello BHD, Hamada Y, Gregory RL, Blanchard S, Duarte S. Comparison of In Vitro Biofilm Formation on Titanium and Zirconia Implants. *Biomed Res Int.* 2023;2023:8728499.
113. Han A, Tsoi JKH, Matinlinna JP, Zhang Y, Chen Z. Effects of different sterilization methods on surface characteristics and biofilm formation on zirconia in vitro. *Dent Mater.* 2018 Feb;34(2):272–81.
114. Dickens N, Haider H, Lien W, Simecek J, Stahl J. Longitudinal analysis of CAD/CAM restoration incorporation rates into navy dentistry. *Military Medicine.* 2019;184(5–6):e365–72.
115. Joda T, Brägger U. Digital vs. conventional implant prosthetic workflows: a cost/time analysis. *Clinical oral implants research.* 2015;26(12):1430–5.
116. Joda T, Brägger U. Time-efficiency analysis comparing digital and conventional workflows for implant crowns: A prospective clinical crossover trial. *International Journal of Oral and Maxillofacial Implants.* 2015;30(5):1047–53.
117. Unkovskiy A, Beuer F, Metin DS, Bomze D, Hey J, Schmidt F. Additive Manufacturing of Lithium Disilicate with the LCM Process for Classic and Non-Prep Veneers: Preliminary Technical and Clinical Case Experience. *Materials (Basel).* 1 wrzesień 2022;15(17):6034.

10. Załączniki

- a. Publikacja I
- b. Publikacja II
- c. Publikacja III
- d. Oświadczenia współautorów



Mechanical characteristics of zirconia produced additively by 3D printing in dentistry - A systematic review with meta-analysis of novel reports

Wojciech Frąckiewicz^{a,*}, Paweł Szymlet^a, Maciej Jedliński^b, Małgorzata Świątłowska-Bajzert^a, Ewa Sobolewska^a

^a Department of Dental Prosthetics, Faculty of Medicine and Dentistry, Pomeranian Medical University in Szczecin, 70-111 Szczecin, Poland

^b Department of Interdisciplinary Dentistry, Faculty of Medicine and Dentistry, Pomeranian Medical University in Szczecin, 70-111 Szczecin, Poland

ARTICLE INFO

Keywords:

3D
Three-dimensional
Additive-manufacturing
Zirconium
Zirconium paste
3D printing
3DZnO2 Mix
3DCeram
Lithacon
Lithoz
XJet

ABSTRACT

Objectives: This study was aimed at comparing the mechanical parameters of ceramics made using the addition and subtraction technique.

Methods: A search was performed on four search engines on 5th April 2023. Quality assessment was performed using study type-specific scales. Where possible, a meta-analysis was performed.

Sources: Data were extracted from four search engines: PubMed, PubMed Central, Embase, Web of Science, Scopus.

Study selection: The search strategy identified 686 potential articles. 19 papers were subject to qualitative analysis, and data from 11 papers were meta-analysed. The included studies were of high or medium quality. All included papers were in-vitro studies. No clinical trials were found in the literature.

Significance: Ceramics made in the additive technology in terms of mechanical parameters can compete with ceramics made in the milling technology. There are no clinical studies yet that would indicate the use of this type of material for permanent restorations in patients. Studies presented in the literature vary greatly in terms of study design and reporting of results. The research did not receive external funding.

1. Introduction

Excellent aesthetics, durability, and biocompatibility are necessary in prosthetic restorations manufactured today. Dentists constantly search for newer solutions and materials due to the patient's expectations regarding the appearance of the restoration. As a result, works on a metal base are being replaced by all-ceramic restorations more frequently. High-strength ceramics such as zirconium oxide were introduced with a change in the manufacturing process because they provide a very good aesthetic result [2]. Single crowns, short- and long-span fixed dental prostheses, and full-arch restorations are often made of the monolithic zirconia material [1]. The strongest and most opaque dental zirconia grade is 3 mol% yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystalline (3Y-TZP), followed by the more translucent but marginally weaker 4 mol% yttria partially stabilized zirconia (4Y-PSZ), and finally the most translucent but mechanically weakest 5 and 6 mol% 5Y/6Y-PSZ [2].

Currently, prosthetic restorations can be made in several

technologies, the most popular and widely used is the loss technique consisting in milling a permanent prosthetic restoration designed in special software using a milling machine. They are usually cut out of a uniform disc or individual blocks in the case of small prosthetic works. The construction of dental restorations using thin layers of raw materials, followed by post-processing curing and finishing stages, is a recent development in the industry. This process, also known as additive manufacturing (AM) or 3D-printing, uses a variety of techniques, including the extrusion of thermoplastic materials, vat photopolymerization, binder and material jetting, powder bed fusion, and others [1]. With this technique, the tooth's CAD software-designed standard tessellation language (STL) file is transformed into slice data, which is made up of two-dimensional layers, and a tool path is then created to make the required shape by stacking the materials one layer at a time in the printer [4–6]. In terms of dental applications, stereolithography (SLA), which takes into account signal and resolution effects and surface finish and building detail, is the most widely used AM technology. In the SLA method, an item is constructed by depositing a

* Correspondence to: al. Powstańców Wlkp. 72, 70-111 Szczecin, Poland.

E-mail address: woj.frackiewicz@gmail.com (W. Frąckiewicz).

portion of easily polymerisable photosensitive material. In AM based on stereolithography, ceramics are not as frequently used as polymers and metals. The sensitive post-processing following shaping, which entails drying, debinding, and sintering stages to give the ceramics their properties and final shape, is the cause of this. Nonetheless, several AM methods have been developed for shaping ceramics and glasses. There are existing restrictions on direct shaping techniques like selective laser sintering/melting (SLS/SLM) due to worries about the surfaces and quality of the products. For ceramics, indirect AM methods predominate. A liquid phase (such as lithography-based ceramics manufacturing (LCM), stereolithography) or a meltable component (such as fused deposition modeling of ceramics (FDM) are necessary for shaping a ceramic in indirect additive manufacturing (AM) [3].

For the creation of crowns and partial fixed dental prostheses, yttria partially stabilized zirconia polycrystal has gained popularity thanks to advancements in CAD/CAM technologies and materials science [7].

because of its lack of metal and high flexural strength of 900–1200 MPa [8,9]. In our review, a large number of studies use such a material - Lithoz 230Y (Lithoz, Austria) [21,28,30,36,37], which is produced precisely in LCM technology. The layer-by-layer curing of a ceramic suspension under visible (blue) light is the foundation of the Lithography-based Ceramic Manufacturing (LCM) procedure created by Lithoz (Vienna, Austria). The appropriate ceramic powder (for example zirconia) is suspended in photocurable resins with additives for optimum processability [10]. In addition to this, 3DMix ZrO2 (3DCeram, France) [27] is also used, as well as materials from other manufacturers.

The aim of our systematic review is to compare the mechanical properties of zirconia such as flexural strength, hardness or compressive stress made by 3D printing technology (additive manufacturing) with zirconia produced by milling (subtractive manufacturing). The authors wanted to find out whether the currently performed works in the printing technique can compete and maybe in the future replace

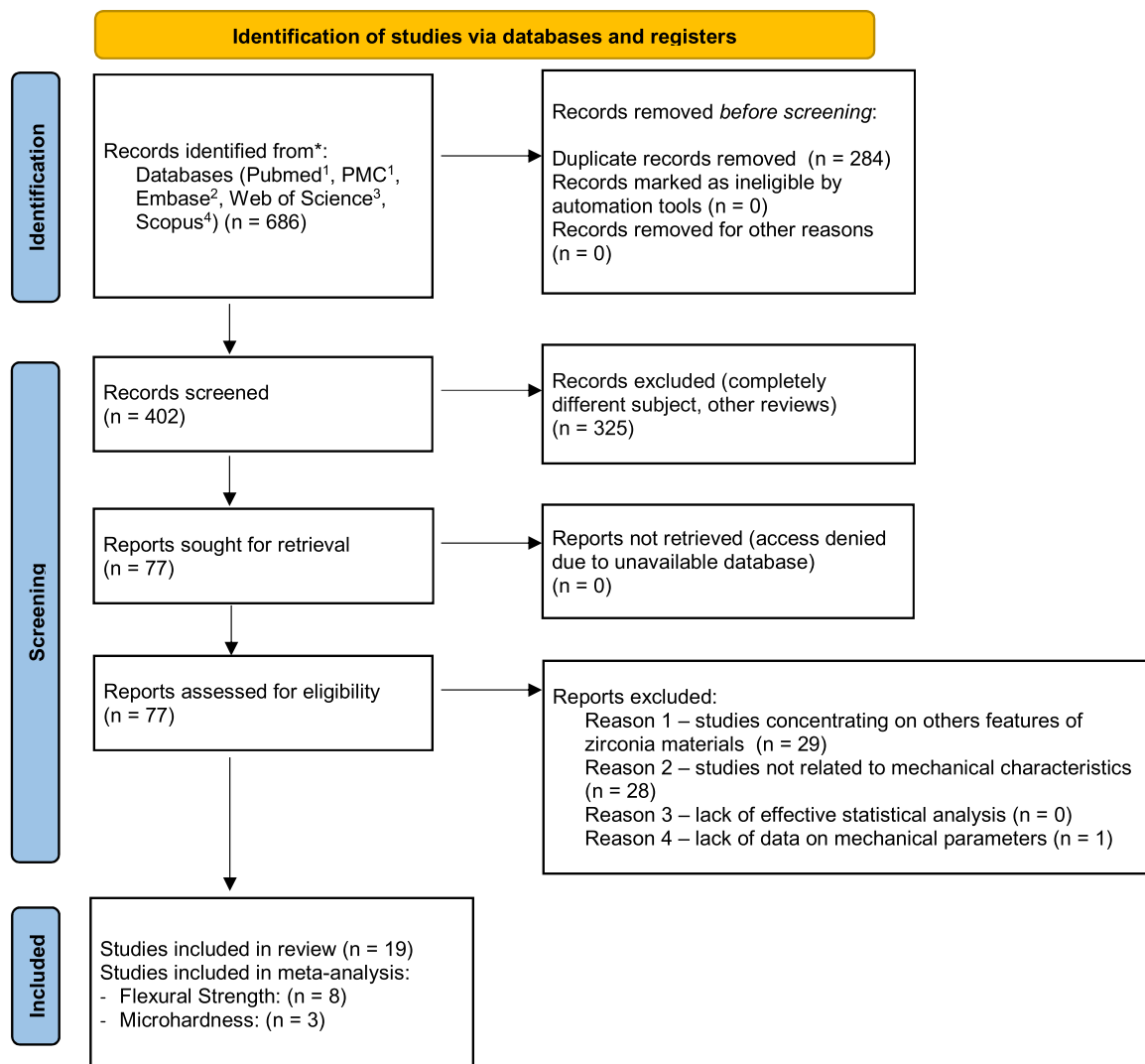


Fig. 1. Search strategy - Prisma 2020 flow diagram. ¹ – search string: ("zirconia s"[All Fields] OR "zirconias"[All Fields] OR "zirconium oxide"[Supplementary Concept] OR "zirconium oxide"[All Fields] OR "zirconia"[All Fields]) AND ("addit manuf"[Journal] OR ("additive"[All Fields] AND "manufacturing"[All Fields]) OR "additive manufacturing"[All Fields] OR ("printing, three dimensional"[MeSH Terms] OR ("printing"[All Fields] AND "three dimensional"[All Fields]) OR "three-dimensional printing"[All Fields] OR ("3d"[All Fields] AND "printing"[All Fields]) OR "3d printing"[All Fields] OR "AM"[All Fields]) AND ("prosthodontically"[All Fields] OR "prosthodontics"[MeSH Terms] OR "prosthodontics"[All Fields] OR "prosthodontic"[All Fields] OR ("crown s"[All Fields] OR "crowned"[All Fields] OR "crowns"[MeSH Terms] OR "crowns"[All Fields] OR "crown"[All Fields])) - 243 results. ² – search string: ('zirconia'/exp OR zirconia) AND ('additive manufacturing'/exp OR 'additive manufacturing' OR (('additive'/exp OR additive) AND ('manufacturing'/exp OR manufacturing)) OR '3d printing'/exp OR '3d printing' OR am) AND ('prosthodontics'/exp OR prosthodontics OR 'crown'/exp OR crown) - 177 results. ³ – search string:(ALL=(zirconia) AND (additive manufacturing OR 3d-printing OR AM) AND (prosthodontics OR crown)) - 66 results. ⁴ – search string: TITLE-ABS-KEY ((zirconia) AND (additive OR 3d-printing) AND (prosthodontics OR crown)) - 66 results. * – in the rest of the studies included lacked a control group or there was a specific comparison made not found in other studies.

ceramics performed by milling technology.

2. Materials and methods

2.1. Search strategy

Presented systematic review was conducted in accordance with the PRISMA statement [11], reporting guidelines [12,13] (Supplementary Material S1 and S2), and the guidelines from the Cochrane Handbook for Systematic Reviews of Interventions [14]. On 4th February 2023, a series of pre-searches of the following databases was performed: PubMed, PMC, Scopus, Web of Science, Embase. Subsequently, the final search was proceeded on 5th April 2023 using the following search engines: PubMed, PubMed Central, Embase, Web of Science, Scopus, with the following keywords: (zirconia) AND (additive manufacturing OR 3d-printing OR AM) AND (prosthodontics OR crown). As the search strings slightly differ in search engines, the exact search strings applied were described on PRISMA 2020 flow diagram (Fig. 1). In accordance with PICO(S) [15], the framework of the present systematic review is:

Population: additively made zirconia samples;

Intervention: mechanical properties tests;

Comparison: samples made by the additive manufacturing (AM) / 3D printing method vs samples made by the subtractive manufacturing (SM) / milling method;

Outcomes: value of a given mechanical parameter;

Study design: in-vitro studies, clinical trials.

The PICO(S) question was the following: “Can additively produced zirconia replace milled zirconia in dentistry?”.

2.2. Eligibility criteria

For the present systematic review, the following inclusion criteria were applied:

Type of study: in-vitro studies, clinical trials.

Results of the study: mechanical properties such as: flexural strength, hardness, shear bond strength, toughness, compressive stress, elastic modulus, fracture resistance.

Object of the study: evaluation of mechanical parameters in additive and subtractive manufacturing.

Subject of the study: dental zirconia.

The following exclusion criteria were as follows: Studies not referring to the design of dental zirconia, in-vivo retrospective studies, ex-vivo studies using finite element analysis and computer simulations, case reports, reviews, authors’ opinions, book chapters, conference reports, studies lacking effective statistical analysis, studies not referring to subtractive manufacturing, but other zirconium production technology.

No language restriction was applied.

2.3. Data extraction

After retrieving the results from the search engines to create a database, the duplicates were removed. Then, titles and abstracts were analyzed by two authors independently (WF and PSZ), following the inclusion criteria. Subsequently, the full text of each selected article was then analyzed to verify whether it was suitable for inclusion and exclusion criteria. Whenever a disagreement occurred, it was resolved by a discussion with the third author (MJ) by a joint through analysis of a given title and qualifying the study, if all three authors agree as suggested within Cochrane collaboration guidelines [14]. Data were sought regarding mechanical parameters in additive and subtractive manufacturing. No methods of additive manufacturing were excluded. The authors were extracting mechanical properties values from papers included, in order to find ones that were used in most of the studies and thus could be compared. The Cohen’s K coefficient for the agreement between the authors in study selection indicates a high agreement

between the authors as was equal to 0.99. Authorship, year of publication, type of each eligible study and its main results regarding mechanical properties within different studies were extracted by the same two authors (WF and PSZ) and examined by supervisor (ES).

2.4. Quality assessment

Nineteen studies [19–37] were subjected to analysis with the QUIN assessment tool. All of the in vitro studies clearly described the aim. As stated in PRISMA statements, the evaluation of methodological quality provides an indication about the importance evidence presented within the study, as methodological flaws can result in biases and therefore, weaken the significance of evidence [11]. As all of the included were in-vitro experimental studies, a type specific scale, proposed for in-vitro studies in dentistry was applied; the QUIN assessment tool. The evaluation was performed by two independent authors. Each of twelve criteria included in the tool, namely clearly stated aims/objectives, detailed explanation of sample size calculation, detailed explanation of sampling technique, details of comparison group, detailed explanation of methodology, operator details, randomization, method of measurement of outcome, outcome assessor details, blinding, statistical analysis, presentation of results were evaluated in accordance with standards proposed in the tool. If given characteristic was adequately specified, a study received 2 points, if only mentioned inadequately = 1 point, not specified = 0 points, and not applicable = exclude criteria from the calculation. Then, the overall score for the given research was calculated in order to assess a given study as high, medium, or low risk of bias (>70 % = low risk of bias, 50–70 % = medium risk of bias, and <50 % = high risk of bias) [16].

2.5. Meta-analysis

Meta-analysis was performed with the R statistical program, ver.4.2.2 (The R Foundation for Statistical Computing, Wirtschaftsuniversität Wien, Vienna, Austria) using random-effect model via metafor R package [16]. Standardized mean difference (SMD) was calculated as effect estimate. Heterogeneity was assessed quantitatively using I²-statistics and Cochran’s Q [17]. The results were considered statistically significant at $p < 0.05$. Publication bias was estimated using funnel plot and carrying Egger’s test of its asymmetry [18].

3. Results

3.1. Search results

The search strategy identified 686 potential articles, including 243 from PubMed and PubMed Central, 177 from Embase, 200 from Web of Science and 66 from Scopus,. After the removal of 284 duplicates, 402 articles were analyzed. Subsequently, 325 papers were excluded because they did not meet the additive-manufacturing zirconia systems criteria. Of the remaining 77 papers, 58 were excluded because they were not relevant to the subject of the study. The excluded articles were mainly due to the fact that they treated about zirconium, but not in terms of its characteristics, subject was not related or there was not enough data on mechanical parameters of 3D-printed zirconia. At the end, 19 papers were subjected to qualitative analysis. The included studies were solely in-vitro studies. The authors did not find any clinical scientific evidence regarding phenomena discussed. A Prisma 2022 Flow Diagram representing the study selection process is presented in Fig. 1. (Fig. 1. Flow diagram). The main characteristics included of each study are presented in Table 1.

3.2. Quality assessment

The risk of bias assessment is presented in the following Table 2.

Table 1
Characteristics of included studies.

Author and Year	Type of Article	Material or Subjects	Control Sample or Group	Method	Outcome Measured	Results
Abualsaud et al., 2022 [19]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • 60 discs ($14 \times 1.5 \pm 0.2$ mm): - 20 at horizontal orientation - 20 at vertical orientation - 20 at tilted orientation material: 3DMix ZrO ₂ (3DCeram) printer: CERAMAKER C900 Flex, (3DCeram Sinto, France)	Subtractively manufactured (SM) / milled: • 20 discs ($14 \times 1.5 \pm 0.2$ mm)material: ZirCAD LT (Ivoclar vivadent AG) milling machine: PrograMill PM7, (Ivoclar Vivadent AG)	Measurement of biaxial flexural strength (BFS). Measurement of microhardness by Vickers' method by Vickers indenter.	Flexural strength: The load at fracture was recorded per specimen and the BFS was calculated. Microhardness: The average hardness value per specimen was calculated followed by averaging to obtain the group hardness value.	Flexural strength: - 3D-printed disc-shaped specimens: a) at horizontal orientation: 1186.73 ± 283.47 MPa b) at vertical orientation: 521.51 ± 88.76 MPa c) at tilted orientation: 810.92 ± 148.84 MPa - milled disc-shaped specimens: 1507.27 ± 340.10 MPa Microhardness: - 3D-printed disc-shaped specimens: a) at horizontal orientation: 1676.61 ± 37.77 VHN b) at vertical orientation: 1609.54 ± 87.55 VHN c) at tilted orientation: 1634.96 ± 98.1 VHN - milled disc-shaped specimens: 1548.2 ± 62.32 VHN Flexural strength: - AM: 1030.0 ± 29.2 MPa - M: 1287.5 ± 115.2 MPa Microhardness: - AM: 1169.2 ± 48.4 kgf/mm ² - M: 1501.4 ± 60.1 kgf/mm ² Shear bond strength: - AM: 19.9 ± 6.9 MPa - M: 17.7 ± 4.9 MPa Flexural strength: • bars of 3D-printed zirconia: - untreated samples: 855.4 ± 112.6 MPa - load-cycled samples: 888.4 ± 59.3 MPa - thermocycled samples: 789.6 ± 133.8 MPa - bars of milled zirconia: 936.3 ± 255.0 MPa Hardness: - 3D-printed zirconia (AM) samples: surface: ~ 1100 HV cross-cut: ~ 1120 HV - milled zirconia (M) samples: surface: ~ 1380 HV cross-cut: ~ 1400 HV Toughness: - 3D-printed zirconia (AM) samples:
Baysal et al., 2022 [20]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • 11 discs - 2 of them for surface characteristics (fi10 \times 2 mm) • 9 bars ($25 \times 4 \times 1.2$ mm) material: 3DMix ZrO ₂ printer: XJet, (Rehovot, Israel)	Subtractively manufactured (SM) / milled: • 11 discs - 2 of them for surface characteristics (fi10 \times 2 mm) • 9 bars ($25 \times 4 \times 1.2$ mm) material: ZrO ₂ - Nacera Pearl milling machine: Doceram	Measurement of three-point flexural strength (FS). Measurement of the Vickers microhardness (Vh). Measurement of shear bond strength (SBS).	Flexural strength: The expected FS (σ in MPa) for a rectangular specimen under a load in 3-point bend test was calculated. Microhardness: The average hardness value was calculated. Shear bond strength: Peak force values (N) at failure were recorded and divided by the surface area to obtain the bond strength values (MPa).	Flexural strength: - AM: 1030.0 ± 29.2 MPa - M: 1287.5 ± 115.2 MPa Microhardness: - AM: 1169.2 ± 48.4 kgf/mm ² - M: 1501.4 ± 60.1 kgf/mm ² Shear bond strength: - AM: 19.9 ± 6.9 MPa - M: 17.7 ± 4.9 MPa Flexural strength: • bars of 3D-printed zirconia: - untreated samples: 855.4 ± 112.6 MPa - load-cycled samples: 888.4 ± 59.3 MPa - thermocycled samples: 789.6 ± 133.8 MPa - bars of milled zirconia: 936.3 ± 255.0 MPa Hardness: - 3D-printed zirconia (AM) samples: surface: ~ 1100 HV cross-cut: ~ 1120 HV - milled zirconia (M) samples: surface: ~ 1380 HV cross-cut: ~ 1400 HV Toughness: - 3D-printed zirconia (AM) samples:
Bergler et al., 2022 [21]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • 30 bars ($25 \times 5 \times 2$ mm) material: LithaCon 3Y 230 (Lithoz) printer: not reported	Subtractively manufactured (SM) / milled: • 10 bars ($25 \times 5 \times 2$ mm) material: Prettau Zirconia (Zirkonzahn) milling machine: M1 (Zirkonzahn)	Measurement of flexural strength by three-point bending test.	Flexural strength: The load at fracture was used to calculate flexural strength.	Flexural strength: • bars of 3D-printed zirconia: - untreated samples: 855.4 ± 112.6 MPa - load-cycled samples: 888.4 ± 59.3 MPa - thermocycled samples: 789.6 ± 133.8 MPa - bars of milled zirconia: 936.3 ± 255.0 MPa Hardness: - 3D-printed zirconia (AM) samples: surface: ~ 1100 HV cross-cut: ~ 1120 HV - milled zirconia (M) samples: surface: ~ 1380 HV cross-cut: ~ 1400 HV Toughness: - 3D-printed zirconia (AM) samples:
Branco et al., 2021 [22]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • bars (quantity not reported) ($15 \times 15 \times 4$ mm) • cubes (quantity not reported) ($4 \times 4 \times 4$ mm) material: Zpex (Tosoh) printer: not reported	Subtractively manufactured (SM) / milled: • bars (quantity not reported) ($15 \times 15 \times 4$ mm) • cubes (quantity not reported) ($4 \times 4 \times 4$ mm) material: commercial yttria-stabilized zirconia blocks	Measurement of hardness and toughness.	Hardness and toughness: For each sample, five indentations were performed in different locations.	Hardness: - 3D-printed zirconia (AM) samples: surface: ~ 1100 HV cross-cut: ~ 1120 HV - milled zirconia (M) samples: surface: ~ 1380 HV cross-cut: ~ 1400 HV Toughness: - 3D-printed zirconia (AM) samples:

(continued on next page)

Table 1 (continued)

Author and Year	Type of Article	Material or Subjects	Control Sample or Group	Method	Outcome Measured	Results
			milling machine: M5 (Zirkonzahn)			surface: ~ 3.95 MPa*m1/2 cross-cut: ~ 3.6 MPa*m1/2 - milled zirconia (M) samples: surface: ~ 5.5 MPa*m1/2 cross-cut: ~ 4.3 MPa*m1/2
Buj-Corral et al., 2021 [23]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • cubes (quantity not reported) 9 × 9 × 20 mm material: zirconia (HSY3B, Daiichi Kigenso Kagaku Kogyo Co., Ltd., Hirabayashiminami, Japan) + additional substances printer: AMFEED-PRINTER extruder (CIM-UPC, Barcelona, Spain)	Lack of control group (-)	Measurement of compressive stress.	Compressive stress: The maximum compressive stress attained during compression is defined as the force applied on the object divided by the area of the cross-section of the object. Three samples per group were tested.	Compressive stress: 3D-printed zirconia samples: 1) print-speed 3 mm/s; layer height 0.2 mm: 172 ± 86 MPa 2) print-speed 3 mm/s; layer height 0.4 mm: 134 ± 19 MPa 3) print-speed 7 mm/s; layer height 0.2 mm: 74 ± 55 MPa 4) print-speed 7 mm/s; layer height 0.4 mm: 60 ± 14 MPa
Jang et al., 2019 [24]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • 10 bars (divided into six groups based on zirconia volume fraction in the range of 48–58 vol%) material: TZ-3Y (Tosoh, Japan) printer: Octave Light R1, (Octave Light Ltd., Hong Kong)	Lack of control group (-)	Measurement of flexural strength by three-point bending test.	Flexural strength: The value of the load at which the specimens cracked was recorded.	Flexural strength: - group with a volume fraction of 48 vol%: 94.25 ± 17.29 MPa (the lowest strength) - group with a volume fraction of 58 vol%: 674.74 ± 32.35 MPa (the highest strength) The highest increasing rate of strength between groups was 45.91% and it was observed between groups of 50 vol% and 52 vol%.
Li et al., 2019 [25]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • cuboid (quantity not reported) (5 × 2.5 × 30 mm) • discs (quantity not reported) (fi12.5 × 2.5 mm) material: resin-based zirconia suspension with a solid content of 45 vol% printer: SLA-printer (CSL 150, Porimy)	Lack of control group (-)	Measurement of flexural strength was determined using a universal testing machine.	Flexural strength: Weibull distribution analysis was performed based on flexural strength data (n = 22) to assess structural reliability, yielding two parameters: the Weibull characteristic strength (σ) and the Weibull modulus (m).	Flexural strength of the sintered component was 812 ± 128 MPa. The Weibull characteristic strength was 866.7 MPa (95% confidence interval [CI] 530.1 to 1,415.2 MPa). The Weibull modulus was 7.44 (95% CI 6.90 to 7.99).
Ma et al., 2022 [26]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • 15 bars (20x4x2mm) material: zirconia slurry containing 49% vol% Y-TZP particles and photosensitive acrylic resin mixture printer: SLA printer (CSL-100; PORIMY Co., Kunshan, China).	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • 15 bars (20x4x2mm) - for each group with the same material as research group but with different pore size and porosity: 1) 400-µm pore size and 50% porosity 2) 400-µm pore size and 30% porosity 3) 200-µm pore size and 50% porosity	Measurement of flexural strength by three-point bending test.	Flexural strength: The structural reliability of each group was assessed via a Weibull distribution analysis of the flexural-strength data. The Weibull modulus (m) and characteristic strength (σ) were calculated at a 95% confidence interval in the software.	Research group (non-porous): - flexural strength: 1039.76 ± 107.98 MPa - characteristic strength: 1084.4 MPa - Weibull modulus (m): 12.82 All five porous-surface groups had significantly lower flexural strengths than the non-porous (research) group (p < 0.001).

(continued on next page)

Table 1 (continued)

Author and Year	Type of Article	Material or Subjects	Control Sample or Group	Method	Outcome Measured	Results
Miura et al., 2022 [27]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: <ul style="list-style-type: none"> bars (quantity not reported) (1.2 × 4 × 25 mm) bars (quantity not reported) (10 × 10 × 3 mm) - in parallel direction, - in diagonal direction, - in perpendicular direction material: 3DMix ZrO2 (3DCeram) printer: CeraMaker 900 (3DCeram)	4) 200-µm pore size and 30% porosity 5) 100-µm pore size and 30% porosity Lack of control group (-)	Measurement of three-point flexural strength. Measurement of the Vickers hardness (Vh) and fracture toughness. Measurement of elastic modulus and Poisson's ratio - four-point bending test.	Flexural strength: The value of the load at which the specimens cracked was recorded. Vickers hardness and fracture toughness: The lengths of cracks were measured, and the fracture toughness was calculated. Elastic modulus and Poisson's ratio: The elastic modulus was calculated based on the slope of the obtained stress-strain curve, and the Poisson's ratio was calculated from the ratio of the bending strain to the lateral strain.	Flexural strength - direction: - parallel: 497.11 MPa - diagonal: 847.80 MPa - perpendicular: 1003.37 MPa Vickers hardness (Vh) - direction: - parallel: 1311.61 VHN - diagonal: 1257.78 VHN - perpendicular: 1300.30 VHN Fracture toughness - direction: - parallel: 5.19 MPAm ^{1/2} - diagonal: 4.99 MPAm ^{1/2} - perpendicular: 5.04 MPAm ^{1/2} Elastic modulus - direction: - parallel: 173.33 (± 4.51) - diagonal: 179.67 (± 2.31) - perpendicular: a) horizontal to building stage: 187.33 (± 2.52) b) perpendicular to building stage: 187.67 (± 3.06) Poisson's ratio - direction: - parallel: 0.33 (± 0.01) - diagonal: 0.32 (± 0.01) - perpendicular: a) horizontal to building stage: 0.32 (± 0.01) b) perpendicular to building stage: 0.33 (± 0.01) AM specimens: a) Lithacon 3Y 230: - flexural strength: 881.96 ± 123.51 MPa* - Weibull shape - modulus (m): 8.1 - Weibull Scale (B.63.2): 934.8 a) 3D Mix Zirconia: - flexural strength: 1034.67 ± 87.76 MPa* - Weibull shape - modulus (m): 16.3 - Weibull Scale (B.63.2): 1071.1 a) 3D Mix ATZ: - flexural strength: 1059.53 ± 115.61 MPa* - Weibull shape - modulus (m): 11.1 <i>(continued on next page)</i>
Nakai et al., 2021 [28]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: <ul style="list-style-type: none"> bars (14/15 for group) (12 × 12 × 1.2 mm) group 1: 14 bars* material: LithaCon 3Y 230 (Lithoz) printed in parallel direction printer: not reported group 2: 15 bars* material: 3D Mix zirconia (3DCeram Sinto) printed in perpendicular direction printer: not reported group 3: 15 bars* material: 3D Mix ATZ - alumina-toughened zirconia (3DCeram Sinto) in perpendicular direction printer: not reported 	Subtractively manufactured (SM) / milled: <ul style="list-style-type: none"> 15 bars (12 × 12 × 1.2 mm) material: LAVA Plus (3 M Oral Care) milling machine: not reported 	Measurement of biaxial flexural strength test with a piston on three-ball set-up.	The flexural strength results were statistically analyzed using Weibull analysis. Weibull parameters were calculated by maximum-likelihood estimation.	AM specimens: a) Lithacon 3Y 230: - flexural strength: 881.96 ± 123.51 MPa* - Weibull shape - modulus (m): 8.1 - Weibull Scale (B.63.2): 934.8 a) 3D Mix Zirconia: - flexural strength: 1034.67 ± 87.76 MPa* - Weibull shape - modulus (m): 16.3 - Weibull Scale (B.63.2): 1071.1 a) 3D Mix ATZ: - flexural strength: 1059.53 ± 115.61 MPa* - Weibull shape - modulus (m): 11.1 <i>(continued on next page)</i>

Table 1 (continued)

Author and Year	Type of Article	Material or Subjects	Control Sample or Group	Method	Outcome Measured	Results
						- Weibull Scale (B.63.2): 1108.8 SM specimens: a) LAVA Plus: - flexural strength: 970.71 ± 83.25 MPa* - Weibull shape - modulus (m): 13.4 - Weibull Scale (B.63.2): 1007.0
Osman et al., 2017 [29]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • discs (14/15 for group) (fi15 ± 0.12 mm × 1.2 ± 0.02 mm) • 15 discs printed vertically, • 14 discs printed obliquely, • 15 discs printed horizontally. material: TZ-3YS-E (yttria-stabilized zirconia dental material) mixed with photocurable resin (ceramic slurry) printer: DLP printer (ADMAFLEX 2.0; ADMATEC Europe BV, The Netherlands)	Lack of control group (-)	Measurement of biaxial flexural strength test.	Flexural strength, characteristic strength and Weibull moduli analysis were performed.	Specimens printed vertically: - flexure strength: 943.26 ± 152.75 - characteristic strength: 1006.654 - Weibull modulus: 7.032 Specimens printed obliquely: - flexure strength: 822.35 ± 172.71 - characteristic strength: 892.260 - Weibull modulus: 5.266 Specimens printed horizontally: - flexure strength: 834.47 ± 72.81 - characteristic strength: 866.722 - Weibull modulus: 13.125
Revilla-León et al., 2022 [30]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • 20 bars (25 × 4 × 2 mm) material: LithaCon 3Y 210 (Lithoz, Viena, Austria) printer: CeraFab System S65 Medical (Lithoz, Viena, Austria)	Subtractively manufactured (SM) / milled: • 20 bars (25 × 4 × 2 mm) material: 3Y-TZP zirconia - Priti multidisc ZrO2 monochrome (Pritidenta, Echterningen, Germany) milling machine: DGShape DWX 52DCi (Roland, Los Angeles, CA, USA)	Measurement of flexural strength in all specimens using 3-point bend test.	Flexural strength and two-parameter Weibull distribution values were calculated.	Bars of 3D-printed zirconia (AM): - flexural strength: 1518.9 ± 253.9 MPa - Weibull Shape - modulus (m): 6.950 - Weibull Scale: 1623 Bars of milled zirconia (M): - flexural strength: 980.5 ± 130.3 MPa - Weibull Shape - modulus (m): 11.49 - Weibull Scale: 1029
Revilla-León et al., 2021 [31]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • 20 bars (25 × 4 × 1.2 mm) - 10 non-aged, - 10 aged (after mastication simulation) material: 3DMix ZrO2 paste (3DCeram) mixed with liquid photosensitive resin printer: CeraMaker 900 (3DCeram)	Subtractively manufactured (SM - CNC group) / milled: • 20 bars (25 × 4 × 1.2 mm) - 10 non-aged, - 10 aged (after mastication simulation) material: zirconia IPS e.max ZirCAD (Ivoclar Vivadent AG) cutting machine: Isomet VR1000 Precision Saw (Buehler)	Measurement of fracture resistance: Three-point fracture strengths of the CNC and AM groups. Measurement in all specimens using 3-point bend test.	Fracture resistance: Load at failure was recorded. Flexural strength: Calculated according to the specimen's dimensions.	Fracture Resistance (Fmax, N): • AM (Additive manufactured Zr): - Non-aged: 634.52 ± 78.34 - Aged: 562.25 ± 78.48 • CNC (Milled Zr): - Non-aged: 1829.50 ± 136.25 - Aged: 1145.12 ± 86.33 Flexural Strength: • AM (Additive manufactured Zr): - Non-aged: 320.32 ± 40.55 MPa - Aged: 281.12 ± 39.24 MPa • CNC (Milled Zr):

(continued on next page)

Table 1 (continued)

Author and Year	Type of Article	Material or Subjects	Control Sample or Group	Method	Outcome Measured	Results
Ucar et al., 2019 [32]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • discs (10 for group) (fi16 x 1.2 mm) material: LithaLox HP 500 - high-purity alumina material.(Lithoz) printer: CeraFab 7500 (Lithoz)	Subtractively manufactured (SM) / milled: • discs (10 for group) (fi16 x 1.2 mm) material: zirconia blocks (ZirkonZahn) milling machine: Yenadent D 43 (Turkuaz Dental, Izmir, Turkey) Dry pressing technology: discs (10 for group) (fi16 x 1.2 mm) material: In-Ceram alumina [ICA]	Measurement of biaxial flexural strength test. Measurement of hardness: Indentations were performed using a Vickers hardness tester.	Strength at peak: The peak load was recorded and the biaxial flexural strength was calculated. Fracture toughness: Following the biaxial flexural testing, fractographic analysis was performed to calculate the fracture toughness. Hardness: The results were indicated as Vickers hardness values (VHN).	- Non-aged: 914.75 ± 68.12 MPa - Aged: 572.60 ± 43.15 MPa Strength at peak: - In-Ceram Alumina (ICA): 147 ± 43 MPa - LCM Alumina: 490 ± 44 MPa - ZirkonZahn: 709 ± 94 MPa Fracture toughness: - In-Ceram Alumina (ICA): 2.0 ± 0.4 MPam1/2 - LCM Alumina: 6.5 ± 1.5 MPam1/2 - ZirkonZahn: 7.7 ± 1.0 MPam1/2 Hardness (VHN): - In-Ceram Alumina (ICA): 850 ± 41 - LCM Alumina: 1581 ± 144 - ZirkonZahn: 1249 ± 57
Wang et al., 2022 [33]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • bars (quantity not reported) (27.26 ± 0.09 × 2.43 ± 0.04 × 1.70 mm) material: ZrO2 (55 wt.% of the modified ZrO2 powder) printer: DLP 3D printer AUTOCERA-M (Beijing TenDimensions Technology Co., Ltd. Beijing, China)	Lack of control group (-)	Measurement of three-point bending test.	The mechanical test was terminated when the sample failed, and the maximum load obtained was used to calculate the flexural strength (σ_f) and elastic modulus (Ef)	Under parallel loading: - flexural strength: 56.63 ± 3.97 MPa - elastic modulus: 199.15 ± 12.51 GPa Under vertical loading: - flexural strength: 70.98 ± 6.62 MPa - elastic modulus: 205.07 ± 16.88 GPa
Zandinejad et al., 2022 [34]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • bars (20 for group) (25 × 4 × 3 mm) - 0%-porosity (AMZ0), - 20%-porosity (AMZ20), - 40%-porosity (AMZ40) material: 3DMix ZrO2 paste (3DCeram Co) printer: SLA ceramic printer - CeraMaker 900 (3DCeram Co)	Subtractively manufactured (SM) / milled: • 20 bars (25 × 4 × 3 mm) material: ArgenZ ST (Argen Co) milling machine: not reported	Measurement of three-point bending tests for all groups. Load at failure was recorded as fracture load (N).	Flexural strength was calculated according to the specimen's dimensions. The Weibull modulus (m) was taken. Flexural modulus (MPa), denoted by Ef is calculated using special equation.	Flexural strength: • 3D-printed (AM) samples: - 0%-porosity (AMZ0): 755.1 ± 147.1 MPa - 20%-porosity (AMZ20): 396.2 ± 126.7 MPa - 40%-porosity (AMZ40): 48.09 ± 8.95 MPa • Subtractively manufacturing (SM) samples: 562.3 ± 82.1 MPa Flexural modulus: • 3D-printed (AM) samples: - 0%-porosity (AMZ0): 41273 ± 2193 MPa - 20%-porosity (AMZ20): 31361 ± 8083 MPa - 40%-porosity (AMZ40): 7177 ± 506 MPa • Subtractively manufacturing (SM) samples: 39125 ± 1170 MPa Weibull moduli: • 3D-printed (AM) samples:

(continued on next page)

Table 1 (continued)

Author and Year	Type of Article	Material or Subjects	Control Sample or Group	Method	Outcome Measured	Results
Zandinejad et al., 2019 [35]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • 10 crowns material: 3DMix ZrO ₂ paste (3DCeram Co.) printer: CeraMaker 900 (3DCeram Co.)	Subtractively manufactured (SM) / milled: • 10 crowns - group 1: material: Lava Plus Zirconia W1 (3 M Co., St. Paul, MN) milling machine: 5-axis machine - group 2: material: lithium disilicate - IPS e.max CAD crown HT A1 (Ivoclar Vivadent, Amherst, NY) milling machine: 5-axis machine	Measurement of fracture resistance: All crowns were located on 30 milled abutments (replacing right second bicuspid), positioned and torqued to an implant analog. Each specimen was subjected to static vertical loading using the universal testing machine.	Statistical software was used to calculate the means and standard deviations of the fracture resistance in all groups.	- 0%-porosity (AMZ0): 6.1 - 20%-porosity (AMZ20): 4.4 - 40%-porosity (AMZ40): 6.1 • Subtractive manufacturing (SM) samples: 8.1 Fracture resistance: - milled zirconia crowns: 1292 ± 189 N - milled lithium disilicate crowns: 1289 ± 142 N - additively manufactured zirconia crowns: 1243.5 ± 265.5 N Statistical analysis showed no significant differences in fracture resistance between the groups (p = 0.4).
Zenthöfer et al., 2022 [36]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • discs (quantity not reported) - group 1: sintered in one step to full density - Study group 2 (G2): material: LithaCon 3Y 230 (Lithoz) printer: CeraFab 7500 (Lithoz) - group 2: with color infiltration in a partially sintered state - Study group 3 (G3): material: LithaCon 3Y 230 (Lithoz) printer: CeraFab 7500 (Lithoz)	Subtractively manufactured (SM) / milled - Study group 1 (G1): • discs (quantity not reported) material: 3Y-TZP blanks - e.max ZirCAD LT A3 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) milling machine: Programill PM7 (Ivoclar Vivadent)	Measurement of fracture resistance P by loading them in a universal testing device.	Flexural strengths were calculated. In addition, Weibull parameters (characteristic strength σ_0 , Weibull modulus m) were computed based on the detected flexural strengths.	Flexural strength: G1: 1462 ± 105 MPa G2: 1369 ± 280 MPa G3: 1197 ± 317 MPa Characteristic strength: • samples polished according to ISO 6872: G1: 1511 MPa G2: 1492 MPa G3: 1337 MPa • samples imperfectly polished: G1: 1514 MPa G2: 1493 MPa G3: 1376 MPa Weibull modulus: • samples polished according to ISO 6872: G1: 15.73 G2: 5.12 G3: 3.63 • samples imperfectly polished: G1: 14.54 G2: 4.11 G3: 5.47
Zhai and Sun, 2021 [37]	In vitro experimental study	Additively manufactured (AM) / 3D-printed: • 24 bars (23 × 4 × 1.5 mm) - group 1: material: zirconia suspensions with solid contents more than 50 vol % were used (BLM-FTC-1; PORIMY) printer: SLA system - CSL150 (PORIMY) - group 2: material: LithaCon 3Y 230 D (Lithoz) printer DLP system - Cerafab 7500 (Lithoz)	Subtractively manufactured (SM - CNC group) / milled: • 24 bars (23 × 4 × 1.5 mm) material: zirconia ceramic blocks - ST (Ucера) milling machine: DWX-52DCi (Roland)	Measurement of the flexural strength of zirconia specimens was obtained by the 3-point bend test.	The load to failure of the specimens was recorded in newtons (N), and the flexural strength was calculated in megapascals (MPa).	Flexural strength: SLA group (BLM-FTC-1) 4 different aging times: - 0 hours: 776.7 ± 77.0 MPa - 5 hours: 1010.3 ± 46.6 MPa - 10 hours: 913.1 ± 114.1 MPa - 15 hours: 814.3 ± 58.4 MPa DLP group (LithaCon 3Y 230) 4 different aging times: - 0 hours: 845.6 ± 183.5 MPa - 5 hours: 783.3 ± 175.7 MPa - 10 hours: 702.6 ± 219.5 MPa (continued on next page)

Table 1 (continued)

Author and Year	Type of Article	Material or Subjects	Control Sample or Group	Method	Outcome Measured	Results
						- 15 hours: 833.4 ± 58.5 MPa CNC group (ST) 4 different aging times: - 0 hours: 1273.3 ± 170.2 MPa - 5 hours: 1304.0 ± 212.2 MPa - 10 hours: 1364.7 ± 230.0 MPa - 15 hours: 1270.4 ± 46.9 MPa

*-information not included in the article, but provided among the data by the author of the article

3.3. Meta-analysis

In the first meta-analysis, a comparison of the flexural strength of 3D printed samples and samples that were produced by subtractive-manufacturing was taken into account. Four articles [22,24,32,35] were excluded because they do not mention this parameter at all. Then, five articles [24,25,27,29,33] were not taken into account, because they do not have a control group - samples produced in the subtraction technique, to which we want to compare our parameters. One article [26] was excluded because, despite the existence of a control group, this group does not contain samples in the subtractive technique, only samples in the additive technology (3D-printing) but with different porosities than non-porous samples. Another article [36] was excluded because the samples were subjected to too many variables (polishing with various types of materials, various types of sintering) to be included in the meta-analysis, which describes strictly flexural strength. In conclusion, this first meta-analysis includes 8 articles of our 19 pre-included in Table 1., one article [28] - three times and one article [37] - twice. One of the articles [28] did not have the exact data on flexural strength that we wanted, so after being contacted, one of the authors, PhD Masanao Inokoshi, provided the information needed for the meta-analysis (Table 3).

Fig. 2 shows forest plot and Fig. 3 funnel plot for Flexural Strength difference between additive and subtractive manufacturing methods. There is large but insignificant ($p = 0.202$) negative effect size. Negative values of effect size correspond to larger strength of subtractively made specimens. Study results are inconsistent - heterogeneity is significant ($p < 0.001$), about 98 % of the variability come from heterogeneity. Egger's test indicates funnel plot asymmetry ($p < 0.001$), that can be caused by publication bias.

From the results of meta-analysis it can be concluded that the ceramics manufactured additively is overall characterized by smaller flexural strength, but insignificant then the ones manufactured subtractively. However, it must be stated that due to the fact that the studies differ from each other significantly in dimensions of the subject, type of ceramics and slightly in examination equipment, that influences the heterogeneity.

In the second meta-analysis, microhardness was determined - articles referring to Vickers hardness or microhardness were taken into account. Of our articles, 5 [19,20,22,27,32] articles were treated with microhardness. This meta-analysis also aimed to compare this parameter for 3D printed zirconia (additive technology) and milled zirconia (subtractive-manufacturing). From the pre-selected articles, 1 article [27] had to be excluded because it did not have a control group and 1 because it was about hardness, which applies to the range of higher loads and another one [22] because it did not contain enough data.

In their studies, the authors marked the Vickers microhardness with various notations such as VHN, HV, or kgF/mm². However, they are all the same because VHN (Vickers Hardness Number) is expressed in the HV unit, which is given by the formula $HV = F/A$. The numerical value of

the hardness expressed in the Vickers HV scale is obtained by dividing the force F in kilograms of force (kgf) by the lateral surface area of the indentation A in square millimeters (mm²). For this reason, all units have been standardized in the table below to its form - HV.I (Table 4).

Fig. 4 shows a forest plot and Fig. 5a funnel plot for Microhardness difference between additive and subtractive manufacturing methods. There is very small and insignificant ($p = 0.976$) negative effect size in Microhardness difference. Negative values of effect size correspond to larger Microhardness of subtractively made specimens. Study results are inconsistent - heterogeneity is significant ($p < 0.001$), about 98 % of the variability come from heterogeneity. Egger's test indicates funnel plot asymmetry ($p = 0.018$), that can be caused by publication bias.

Basing on the results of this meta-analysis, there is no significant difference between the type of ceramics in given characteristic. However, there is also a significant heterogeneity similar for the similar reasons which are mentioned in the first meta-analysis.

4. Discussion

Currently, there is one systematic review of this subject (additively made ceramics), but it does not apply strictly to zirconium-based ceramics, but to all types of ceramics and covered the work until the beginning of 2022 [38]. According to PubMed, in 2022 the largest number of new articles appeared on zirconia restorations made with the technology additive. In our review, we additionally include new papers (from 2022 and to 5th April 2023), adding the Embase and Web of Science databases to the articles we reviewed.

Our systematic review was intended to comprehensively present how additively produced zirconia performs mechanically compared to conventional zirconia restorations. A total of 19 studies included in this review were in-vitro experimental studies.

The features that were most often repeated among the presented articles were flexural strength and hardness.

4.1. Flexural strength of 3d-printed zirconia

Based on two of the articles [19,27] it can be seen that the horizontal/perpendicular orientation of samples is the most resistant to bending. It can also be seen that samples with increasing porosity have decreasing flexural strength [34].

Comparing printed and milled samples, we can see that additively produced samples show lower values of flexural strength. In those studies, there is a small difference in the results in favor of ceramics made in the loss technology, which is statistically insignificant. Our research shows high heterogeneity - normally it should be around 50 % - in our study it is at the level of 98 %. One of the studies [30] certainly distorts the results of the meta-analysis on flexural strength, because the results for additive zirconia are definitely lower than in other studies, despite the fact that the same material was used - LithaCon 3Y 210 (Lithoz, Viena, Austria), which in other studies showed much better

Table 2
Quality assessment of in vitro studies according to QUIN assessment tool.

Criteria No.	Criteria	Abualsaud et al., 2022 [19]	Baysal et al., 2022 [20]	Bergler et al., 2022 [21]	Branco et al., 2021 [22]	Buj-Corral et al., 2021 [23]	Jang et al., 2019 [24]	Li et al., 2019 [25]	Ma et al., 2022 [26]	Miura et al., 2022 [27]
1	Clearly stated aims/objectives	2	2	2	2	2	2	2	2	2
2	Detailed explanation of sample size calculation	2 – double analysis	2	2	0	0	0	0	0	0
3	Detailed explanation of sampling technique	2	2	2	2	2	2	2	1	2
4	Details of comparison group	2	2	2	2	2	2	2	2	2
5	Detailed explanation of methodology	2	2	2	2	2	2	2	2	2
6	Operator details	1	0	0	0	0	0	0	0	1
7	Randomization	0	0	2	0	0	0	0	0	0
8	Method of measurement of outcome	2	2	2	2	2	2	2	2	2
9	Outcome assessor details	0	0	0	0	0	0	0	0	0
10	Blinding	1	0	0	0	0	0	0	0	0
11	Statistical analysis	2	2	2	2	2	2	2	2	2
12	Presentation of results	2	2	2	2	2	2	2	2	2
13	Overall	High	Medium	High	Medium	Medium	Medium	Medium	Medium	Medium

Criteria No.	Criteria	Nakai et al., 2021 [28]	Osman et al., 2017 [29]	Revilla-León et al., 2022 [30]	Revilla-León et al., 2021 [31]	Ucar et al., 2019 [32]	Wang et al., 2022 [33]	Zandinejad et al., 2022 [34]	Zandinejad et al., 2019 [35]	Zenthöfer et al., 2022 [36]	Zhai and Sun, 2021 [37]
1	Clearly stated aims/objectives	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
2	Detailed explanation of sample size calculation	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3	Detailed explanation of sampling technique	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
4	Details of comparison group	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
5	Detailed explanation of methodology	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
6	Operator details	0	2	1	1	0	0	0	0	1	0
7	Randomization	0	1	1	0	0	0	0	0	2	0
8	Method of measurement of outcome	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
9	Outcome assessor details	0	1	1	1	0	0	0	0	1	0
10	Blinding	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
11	Statistical analysis	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
12	Presentation of results	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
13	Overall	Medium	High	Medium	Medium	Medium	Medium	Medium	Medium	Medium	Medium

values of this parameter. As mentioned earlier, this may be due to differences in methodology between studies.

In comparison to other traditional dental ceramics, yttria partly stabilized tetragonal zirconia polycrystalline (Y-TZP) shown greater mechanical characteristics and fracture resistance [39]. Technicians and medical professionals should keep in mind that sintering at a temperature of 1600 °C is harmful to the strength and dependability of 3Y-TZP and should be avoided when choosing a sintering program for zirconia ceramics stabilized with 3 mol% yttria [40]. The groups sintered between 1400 °C and 1550 °C showed the highest flexural strength [41].

4.2. Microhardness of 3d-printed zirconia

According to our research, the hardness of samples produced by additive manufacturing and by the removal technique can be comparable. Despite two studies from our meta-analysis [19,32] which show that printed zirconia performs even better in in-vitro tests than its milled counterpart, overall microhardness of 3d-printed ceramics is lower, but there is no significant difference between the type of ceramics in given characteristic. Unfortunately, heterogeneity in this case is the same as with flexural strength.

Hardness is a parameter that is tested in tests using different load ranges. It can be divided into: conventional hardness (loads 1–50 kg), microhardness (loads 1 g to 2 kg) and nanohardness (loads 0.001–30 g).

Table 3

Differences in Flexural Strength between the group where the samples were made by the additive manufacturing (AM) / 3D printing method and the group where the samples were made by the subtractive manufacturing (SM) / milling method.

Author and Year	Flexural Strength in the Group where Specimens were Made by Additive-Manufacturing (AM) / 3D-printing		Flexural Strength in the Group where Specimens were Made by Subtractive-Manufacturing (SM) / Milled	
	– Number and Shape, Dimensions	Values In MPa	– Number and Shape, Dimensions	Values In MPa
Baysal et al., 2022 [20]	– 9 bar-shaped specimens – 25 × 4 × 1.2 mm	1030.0 ± 29.2 MPa	– 9 bars – 25 × 4 × 1.2 mm	1287.5 ± 115.2 MPa
Abualsaud et al., 2022 [19]	– 20 disc-shaped specimens (at horizontal orientation) – 14 × 1.5 ± 0.2 mm	1186.73 ± 283.47 MPa	– 20 discs – 14 × 1.5 ± 0.2 mm	1507.27 ± 340.10 MPa
Revilla-León et al., 2021 [31]	– 10 bar-shaped specimens (non-aged) – 25 × 4 × 1.2 mm	320.32 ± 40.55 MPa	– 10 bars (non-aged) – 25 × 4 × 1.2 mm	914.75 ± 68.12 MPa
Zandinejad et al., 2022[34]	– 20 bar-shaped specimens (0 %-porosity) – 25 × 4 × 3 mm	755.1 ± 147.1 MPa	– 20 bars – 25 × 4 × 3 mm	562.3 ± 82.1 MPa
Nakai et al., 2021 [28]	– 15 bar-shaped specimens (in perpendicular direction)* – 12 × 12 × 1.2 mm	1034.67 ± 87.76 MPa*	– 15 bars* – 12×12×1.2 mm	970.71 ± 83.25 MPa*
Nakai et al., 2021 [28]	– 15 bar-shaped specimens (in perpendicular direction)* – 12 × 12 × 1.2 mm	1059.53 ± 115.61 MPa*	– 15 bars* – 12×12×1.2 mm	970.71 ± 83.25 MPa*
Nakai et al., 2021 [28]	– 14 bar-shaped specimens (in parallel direction)* – 12 × 12 × 1.2 mm	881.96 ± 123.51 MPa*	– 15 bars* – 12×12×1.2 mm	970.71 ± 83.25 MPa*
Bergler et al., 2022 [21]	– 10 bar-shaped specimens (untreated samples) – 25×5x2 mm	855.4 ± 112.6 MPa	– 10 bars – 25×5x2 mm	936.3 ± 255.0 MPa
Revilla-León et al., 2022 [30]	– 20 bar-shaped specimens – 25 × 4 × 2 mm	1518.9 ± 253.9 MPa	– 20 bars – 25 × 4 × 2 mm	980.5 ± 130.3 MPa
Zhai and Sun, 2021 [37]	– 6 bar-shaped specimens (0 h) – 23 × 4 × 1.5 mm	845.6 ± 183.5 MPa	– 6 bars (0 h) – 23×4x 1.5 mm	1273.3 ± 170.2 MPa
Zhai and Sun, 2021 [37]	– 6 bar-shaped specimens (0 h) – 23 × 4 × 1.5 mm	776.7 ± 77.0 MPa	– 6 bars (0 h) – 23×4x 1.5 mm	1273.3 ± 170.2 MPa

*-information not included in the article, but provided among the data by the author of the article

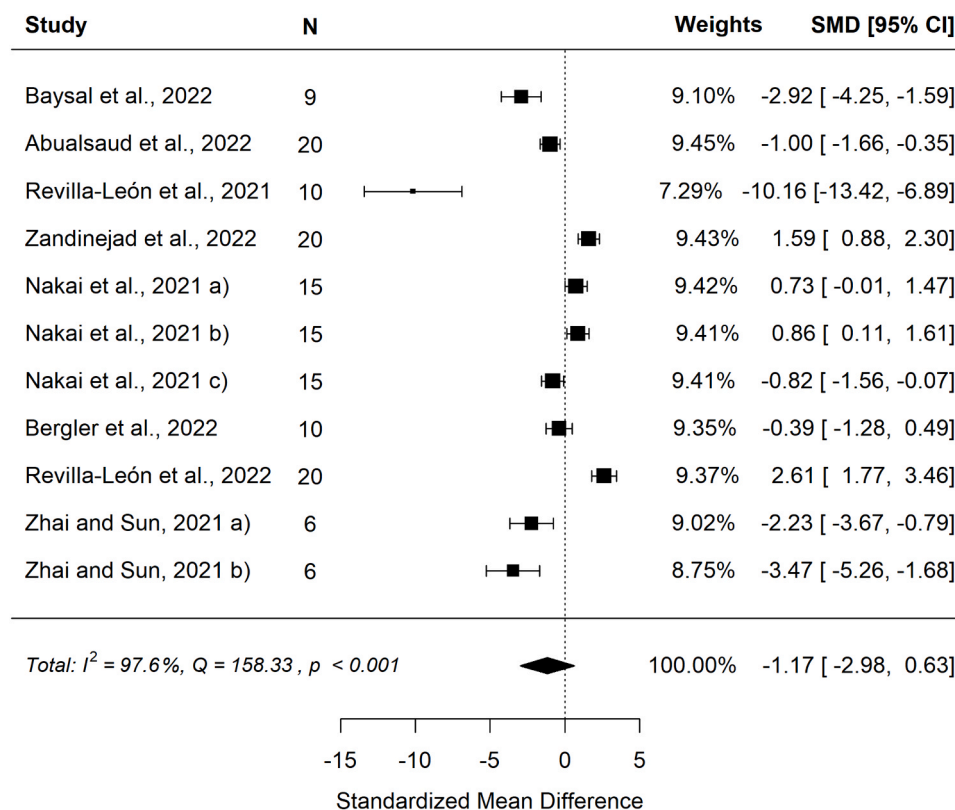


Fig. 2. Forest plot for Flexural Strength difference between additive and subtractive manufacturing methods.

In our research, we were most interested in microhardness. In the study, the authors presented various loads with which a given sample was acted upon. Only articles [19,20,32] were qualified for the meta-analysis, in which the force was similar - 9.8 N, i.e. the equivalent of a load of 1 kg. For this reason, one study [22] was excluded from the meta-analysis, because a much larger force was used to calculate this

parameter - a force of 294 N, which is equivalent to a load of 30 kg.

Grinding has a significant impact on a mechanical property called hardness. Few research have assessed this characteristic both before and after grinding. According to few articles [42,43], when compared to the as-sintered condition, the hardness tends to increase after grinding. This increase is attributed to the phase change mechanism [44]. Due to the

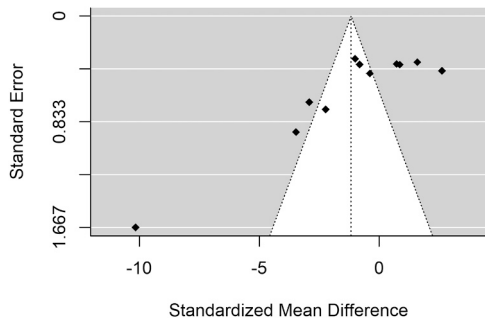


Fig. 3. Funnel plot for Flexural Strength difference between additive and subtractive manufacturing methods.

enhanced hardness of sintered zirconia, abrasion of sintered samples also resulted in a reduction in surface roughness and a significant phase transition from tetragonal to monoclinic [45]. This information leads to the conclusion that in order to enhance the restoration’s mechanical qualities, it should be ground before being inserted into the patient’s mouth.

More research is needed to determine unequivocally which material has a better value for this parameter. However, it can be said with certainty that 3D printed zirconia is a material with high hopes for the future.

4.3. Hopes for the use of 3d-printed zirconia in dentistry in the future

When comparing mechanical tests in this systematic-review, it can be seen that printed zirconia can compete in this matter with milled zirconia. The obvious advantage is that during the additive technique there is no loss of material, because we only use as much material as is needed to make a given permanent restoration.

Despite the lack of possibility of articles dealing with the prices of zirconia restorations in 3D printing, it can be concluded that the use of less material and the lack of removal of residues from the discs as in subtraction technology may lead to the conclusion that the restorations made would be cheaper than conventional ones. The manufacture of ceramic permanent restorations has been significantly facilitated and hastened by the advent of CAD/CAM technology to dentistry. When compared to conventional laboratory analog restorations, digitally milled dental restorations can be manufactured in a single appointment with the dentist, saving time, money, and effort [46]. In comparison to traditional impression fabrication with classic prosthetic masses, the digital workflow has significant advantages for fixed prosthetics, including lower production costs [47] and increased time efficiency [48]. As far as the cost-effectivity of ceramics made in 3D printing technology is concerned, there are still not enough works that would address this topic, so future works in this area would be very useful.

After comparing the test data included in our systematic review, we can also see that when it comes to mechanical performance, 3D printed

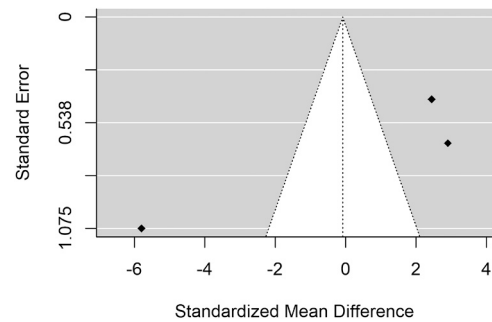


Fig. 5. Funnel plot for Microhardness difference between additive and subtractive manufacturing methods.

Table 4

Differences in Microhardness (according to Vickers) between the group in which the samples were made by the additive manufacturing (AM) / 3D printing method and in the group where the samples were made by the subtractive manufacturing (SM) / milling method.

Author and Year	Microhardness (according to Vickers) in the Group where Specimens were Made by Additive-Manufacturing (AM) / 3D-printing	Microhardness (according to Vickers) in the Group where Specimens were Made by Subtractive-Manufacturing (SM) / Milled
	– Number and Shape, – Dimensions	– Number and Shape, – Dimensions
	Values In HV	Values In HV
Abualsaud et al., 2022 [19]	– 20 disc-shaped specimens (at horizontal orientation) – 14 × 1.5 ± 0.2 mm	– 20 disc-shaped specimens – 14 × 1.5 ± 0.2 mm
Baysal et al., 2022 [20]	– 9 bar-shaped specimens – 25 × 4 × 1.2 mm	– 9 bar-shaped specimens – 25 × 4 × 1.2 mm
Ucar et al., 2019 [32]	– 10 disc-shaped specimens – fi16×1.2 mm	– 10 disc-shaped specimens – fi16×1.2 mm
	surface hardness: 1676.61 ± 37.77 HV	surface hardness: 1548.2 ± 62.32 VHN
	cross-section hardness: 1169.2 ± 48.4 HV	cross-section hardness: 1501.4 ± 60.1 HV
	surface hardness: 1581 ± 144 HV	surface hardness: 1249 ± 57 HV

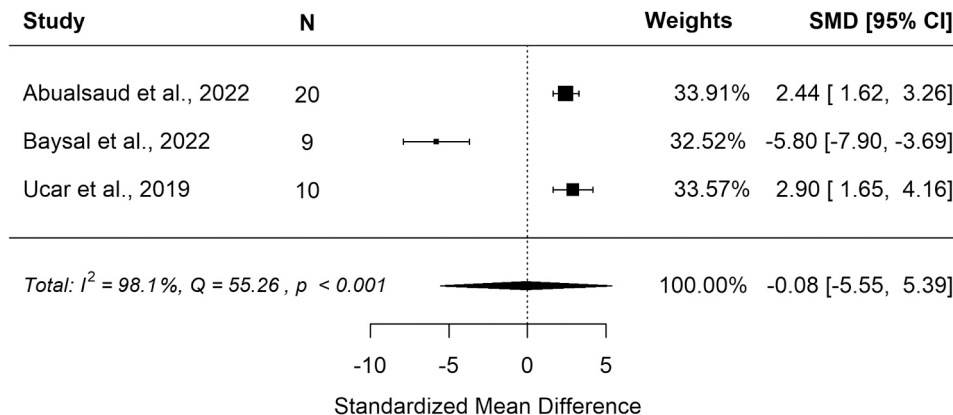


Fig. 4. Forest plot for Microhardness difference between additive and subtractive manufacturing methods.

zirconia can compete with conventional zirconia.

The overall quality of the studies can be considered medium [20, 22–28,30–37] and high [19,21,29], so all of the included studies present a level of quality which allows to suppose that given characteristics may be also present in clinical trial. The strengths of the included studies are the accurate description of the test samples in the test sample and the control sample, the correct assumption made in creating the environment for conducting the test, and the description of conducting the measurements. However, there are some shortcomings that have to be discussed. The majority of the studies included did not performed sample size calculation, which is considered crucial to treat the results as binding. Many of them did not provide information about the source of the material used, about the person who projected samples and deducted measurements, and lack of the description of the person which read and interpreted the results. Many of the studies did not performed binding on all stages of the trial and none of the studies included deducted proper blinding through the whole trial. Some of the studies partially randomized the outcome while evaluating the results of the study in SEM, but skipped it while studying the other characteristics.

4.4. Limitations

So far, there is a lack of more studies using 3D printed ceramics in restorations that would be used in patients in the oral cavity, perhaps in the future more of them will start to appear. Currently, the ceramic printing technology is still more expensive compared to the subtractive technology, because specialized equipment (3D printers) is not so widely used in dental prosthetics today. Perhaps, with the popularization of this technology, it will change, especially since there are tendencies towards it, because compared to the removal technology, we lose much less material.

Zirconia's vulnerability to "ageing" is its fault (LTD - Low Temperature Degradation) [49]. It entails the spontaneous conversion of the gaseous tetragonal form into the monocyclic one at temperatures below 400 °C under conditions of high humidity. This is accompanied by the development of microcracks and a 3 % volume rise. When it comes to single crowns, the inner portion is the most prone to breaking. It is the link between the pillar and the span in the case of multi-unit bridges. According to several studies [50,51], zirconia/alumina blends are less prone to LTD than pure zirconia. This problem occurs in the same way in the use of 3D printers because used slurry consists not only zinc oxide but also of other additives.

Also another disadvantage is the need to remove the binder from the printing mass. Due to the presence of binders and ceramics in the DLP 3D printing slurry, debinding and sintering are necessary, which extends the production process of a given sample [52].

However, this does not preclude the possibility of using additive zirconia in patients and we can expect in the future that dentists will be able to use 3D printed zirconium in patients' prosthetic restorations in their oral cavities.

5. Conclusions

This review describes many articles, all of which were about in-vitro research of fairly good quality. There is a lack of research in this field that would refer to the clinical usefulness of the use of 3D printing in dentistry.

Three-dimensional printing of ceramics has the advantages of faster production, greater mass production capacity, and less material waste. If additive technology can offer greater clinical adaptability, using it to create permanent ceramic restorations is intriguing. It is suggested to conduct further research in order to increase the clinical usefulness of fixed prosthetic restorations made with this technology. It is important to evaluate which printing technology and material is best for the production of ceramic crowns, and this technology should then be explored in clinical trials.

Institutional Review Board Statement

Not applicable.

Informed Consent Statement

Not applicable.

Funding

This research received no external funding.

Appendix A. Supporting information

Supplementary data associated with this article can be found in the online version at doi:10.1016/j.dental.2023.10.020.

References

- [1] Abualsaud R, Alalawi H. Fit, precision, and trueness of 3D-printed zirconia crowns compared to milled counterparts. *Dent J* 2022;10(11):215.
- [2] Camargo B, Willems E, Jacobs W, Van Landuyt K, Peumans M, Zhang F, et al. 3D printing and milling accuracy influence full-contour zirconia crown adaptation. *Dent Mater* 2022;38(12):1963–76.
- [3] Conti L, Bienenstein D, Borlaf M, Graule T. Effects of the layer height and exposure energy on the lateral resolution of zirconia parts printed by lithography-based additive manufacturing. *Materials* 2020;13(6):1317.
- [4] Lee HB, Bea EJ, Lee WS, Kim JH. Trueness of stereolithography ZrO2 crowns with different build directions. *Dent Mater J* 2023;42(1):42–8.
- [5] Li X, Zhong H, Zhang J, Duan Y, Li J, Jiang D. Fabrication of zirconia all-ceramic crown via DLP-based stereolithography. *Int J Appl Ceram Technol* 2020;17(3): 844–53.
- [6] Stansbury JW, Idacavage MJ. 3D printing with polymers: challenges among expanding options and opportunities. *Dent Mater* 2016;32(1):54–64.
- [7] Cui X, Shen Z, Wang X. Esthetic appearances of anatomic contour zirconia crowns made by additive wet deposition and subtractive dry milling: a self-controlled clinical trial. *J Prosthet Dent* 2020;123(3):442–8.
- [8] Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008;24(3):299–307.
- [9] Tsalouchou E, Cattell MJ, Knowles JC, Pittayachawan P, McDonald A. Fatigue and fracture properties of yttria partially stabilized zirconia crown systems. *Dent Mater* 2008;24(3):308–18.
- [10] Lerner H, Nagy K, Pranno N, Zarone F, Admakin O, Mangano F. Trueness and precision of 3D-printed versus milled monolithic zirconia crowns: an in vitro study. *J Dent* 2021;113:103792.
- [11] Page MJ, McKenzie JE, Bossuyt PM, Boutron I, Hoffmann TC, Mulrow CD, et al. The PRISMA 2020 statement: an updated guideline for reporting systematic reviews. *BMJ* 2021;372:n71.
- [12] Beller EM, Glasziou PP, Altman DG, Hopewell S, Bastian H, Chalmers I, et al. PRISMA for abstracts: reporting systematic reviews in journal and conference abstracts. *PLoS Med* 2013;10(4):e1001419.
- [13] Rethlefsen ML, Kirtley S, Waffenschmidt S, Ayala AP, Moher D, Page MJ, et al. PRISMA-S: an extension to the PRISMA statement for reporting literature searches in systematic reviews. *Syst Rev* 2021;10(1):39.
- [14] Higgins JPT, Thomas J, Chandler J, Cumpston M, Li T, Page MJ, Welch VA. *Cochrane Handbook for Systematic Reviews of Interventions*. 2nd edition. Chichester (UK): John Wiley & Sons; 2019.
- [15] Sackett DL, Strauss SE, Richardson WS, Rosenberg W, Haynes BR. *Evidence-based medicine: how to practice and teach EBM*. 2nd ed., Churchill Livingstone; 2000.
- [16] Del Re AC. A practical tutorial on conducting meta-analysis in R. *Quant Methods Psychol* 2015;11:37–50.
- [17] Higgins JPT, Thompson SG. Quantifying heterogeneity in a meta-analysis. *Stat Med* 2002;21(11):1539–58.
- [18] Egger M, Davey Smith G, Schneider M, Minder C. Bias in meta-analysis detected by a simple, graphical test. *BMJ* 1997;315(7109):629–34.
- [19] Abualsaud R, Abussaud M, Assudmi Y, Aljoaib G, Khaled A, Alalawi H, et al. Physiomechanical and surface characteristics of 3D-printed zirconia: an in vitro study. *Materials* 2022;15(19):6988.
- [20] Baysal N, Tuğba Kalyoncuoğlu Ü, Ayyıldız S. Mechanical properties and bond strength of additively manufactured and milled dental zirconia: a pilot study. *J Prosthodont* 2022;31(7):629–34.
- [21] Bergler M, Korostoff J, Torrecillas-Martinez L, Mante FK. Ceramic printing - comparative study of the flexural strength of 3D printed and milled zirconia. *Int J Prosthodont* 2022;35(6):777–83.
- [22] Branco AC, Silva R, Santos T, Jorge H, Rodrigues AR, Fernandes R, et al. Suitability of 3D printed pieces of nanocrystalline zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2020;36(3):442–55.
- [23] Buj-Corral I, Vidal D, Tejo-Otero A, Padilla JA, Xuriguera E, Fenollosa-Artés F. Characterization of 3D printed Yttria-stabilized zirconia parts for use in prostheses. *Nanomaterials* 2021;11(11):2942.

- [24] Jang KJ, Kang JH, Fisher JG, Park SW. Effect of the volume fraction of zirconia suspensions on the microstructure and physical properties of products produced by additive manufacturing. *Dent Mater* 2019;35(5):e97–106.
- [25] Li R, Wang Y, Hu M, Wang Y, Xu Y, Liu Y, et al. Strength and adaptation of stereolithography-fabricated zirconia dental crowns: an in vitro study. *Int J Prosthodont* 2019;32(5):439–43.
- [26] Ma Q, Ding Q, Zhang L, Sun Y, Xie Q. Surface characteristics and flexural strength of porous-surface designed zirconia manufactured via stereolithography. *J Prosthodont* 2023;32(4):e81–9.
- [27] Miura S, Shinya A, Ishida Y, Fujisawa M. Mechanical and surface properties of additive manufactured zirconia under the different building directions. *J Prosthodont Res* 2022;JPR_D.22_00166.
- [28] Nakai H, Inokoshi M, Nozaki K, Komatsu K, Kamijo S, Liu H, et al. Additively manufactured zirconia for dental applications. *Materials* 2021;14(13):3694.
- [29] Osman RB, van der Veen AJ, Huiberts D, Wismeijer D, Alharbi N. 3D-printing zirconia implants; a dream or a reality? An in-vitro study evaluating the dimensional accuracy, surface topography and mechanical properties of printed zirconia implant and discs. *J Mech Behav Biomed Mater* 2017;75:521–8.
- [30] Revilla-León M, Al-Haj Husain N, Barmak AB, Pérez-López J, Raigrodski AJ, Özcan M. Chemical composition and flexural strength discrepancies between milled and lithography-based additively manufactured zirconia. *J Prosthodont* 2022;31(9):778–83.
- [31] Revilla-León M, Al-Haj Husain N, Ceballos L, Özcan M. Flexural strength and Weibull characteristics of stereolithography additive manufactured versus milled zirconia. *J Prosthet Dent* 2021;125(4):685–90.
- [32] Uçar Y, Aysan Meriç İ, Ekren O. Layered manufacturing of dental ceramics: fracture mechanics, microstructure, and elemental composition of lithography-sintered ceramic. *J Prosthodont* 2019;28(1):e310–8.
- [33] Wang B, Arab A, Xie J, Chen P. The influence of microstructure on the flexural properties of 3D printed zirconia part via digital light processing technology. *Materials* 2022;15(4):1602.
- [34] Zandinejad A, Das O, Barmak AB, Kuttolamadom M, Revilla-León M. The flexural strength and flexural modulus of stereolithography additively manufactured zirconia with different porosities. *J Prosthodont* 2022;31(5):434–40.
- [35] Zandinejad A, Methani MM, Schneiderman ED, Revilla-León M, Bds DM. Fracture resistance of additively manufactured zirconia crowns when cemented to implant supported zirconia abutments: an in vitro study. *J Prosthodont* 2019;28(8):893–7.
- [36] Zenthöfer A, Schwindling FS, Schmitt C, Ilani A, Zehender N, Rammelsberg P, et al. Strength and reliability of zirconia fabricated by additive manufacturing technology. *Dent Mater* 2022;38(10):1565–74.
- [37] Zhai Z, Sun J. Research on the low-temperature degradation of dental zirconia ceramics fabricated by stereolithography. *J Prosthet Dent* 2021.
- [38] Al Hamad KQ, Al-Rashdan BA, Ayyad JQ, Al Omrani LM, Sharoh AM, Al Nimri AM, et al. Additive manufacturing of dental ceramics: a systematic review and meta-analysis. *J Prosthodont* 2022;31(8):e67–86.
- [39] Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res* 2013;57(4):236–61.
- [40] Denry I, Abdelaal M, Dawson DV, Holloway JA, Kelly JR. Effect of crystalline phase assemblage on reliability of 3Y-TZP. *J Prosthet Dent* 2021;126(2):238–47.
- [41] Stawarczyk B, Özcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hämmerlet CHF. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. *Clin Oral Invest* 2013;17(1):269–74.
- [42] Pereira GKR, Fraga S, Montagner AF, Soares FZM, Kleverlaan CJ, Valandro LF. The effect of grinding on the mechanical behavior of Y-TZP ceramics: a systematic review and meta-analyses. *J Mech Behav Biomed Mater* 2016;63:417–42.
- [43] Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent* 2006;34(3):195–206.
- [44] Denry IL, Holloway JA. Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 2006;76B(2):440–8.
- [45] Monaco C, Tucci A, Esposito L, Scotti R. Microstructural changes produced by abrading Y-TZP in presintered and sintered conditions. *J Dent* 2013;41(2):121–6.
- [46] Dickens N, Haider H, Lien W, Simecek J, Stahl J. Longitudinal analysis of CAD/CAM restoration incorporation rates into navy dentistry. *Mil Med* 2019;184(5–6):e365–72.
- [47] Joda T, Brägger U. Digital vs. conventional implant prosthetic workflows: a cost/time analysis. *Clin Oral Implants Res* 2015;26(12):1430–5.
- [48] Joda T, Brägger U. Time-efficiency analysis comparing digital and conventional workflows for implant crowns: a prospective clinical crossover trial. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2015;30(5):1047–53.
- [49] Sim JH, Koo BK, Jung M, Kim DS. Study on debinding and sintering processes for ceramics fabricated using digital light processing (DLP) 3D printing. *Processes* 2022;10(11):2467.
- [50] Lugh V, Sergio V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: a critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dent Mater* 2010;26(8):807–20.
- [51] Schneider J, Begand S, Krieger R, Kaps C, Glien W, Oberbach T. Low-temperature aging behavior of alumina-toughened zirconia. *J Am Ceram Soc* 2008;91(11):3613–8.
- [52] Tsubakino H, Sonoda K, Nozato R. Martensite transformation behaviour during isothermal ageing in partially stabilized zirconia with and without alumina addition. *J Mater Sci Lett* 1993;12(3):196–8.

Article

Comparison of Dental Zirconium Oxide Ceramics Produced Using Additive and Removal Technology for Prosthodontics and Restorative Dentistry—Strength and Surface Tests: An In Vitro Study

Wojciech Frąckiewicz ^{1,*}, Marcin Królikowski ², Konrad Kwiatkowski ³, Ewa Sobolewska ¹, Paweł Szymlet ¹ and Małgorzata Tomasiak ⁴

¹ Department of Dental Prosthetics, Faculty of Medicine and Dentistry, Pomeranian Medical University in Szczecin, 70-111 Szczecin, Poland

² Department of Manufacturing Engineering, Faculty of Mechanical Engineering and Mechatronics, West Pomeranian University of Technology in Szczecin, 70-310 Szczecin, Poland

³ Department of Mechanics and Fundamentals of Machine Design, Faculty of Mechanical Engineering and Mechatronics, West Pomeranian University of Technology in Szczecin, 70-310 Szczecin, Poland

⁴ Department of Interdisciplinary Dentistry, Faculty of Medicine and Dentistry, Pomeranian Medical University in Szczecin, 70-111 Szczecin, Poland

* Correspondence: woj.frackiewicz@gmail.com; Tel.: +48-517981503

Abstract: Background: The aim of this in vitro study was to determine the mechanical and functional properties of zirconium oxide ceramics made using 3D printing technology and ceramics produced using conventional dental milling machines. Methods: Forty zirconia samples were prepared for this study: the control group consisted of 20 samples made using milling technology, and the test group consisted of 20 samples made using 3D printing technology. Their surface parameters were measured, and then their mechanical parameters were checked and compared. Density, hardness, flexural strength and compressive strength were tested by performing appropriate in vitro tests. After the strength tests, a comparative analysis of the geometric structure of the surfaces of both materials was performed again. Student's *t*-test was used to evaluate the results ($p < 0.01$). Results: Both ceramics show comparable values of mechanical parameters, and the differences are not statistically significant. The geometric structure of the sample surfaces looks very similar. Only minor changes in the structure near the crack were observed in the AM group. Conclusion: Ceramics made using additive technology have similar mechanical and surface parameters to milled zirconium oxide, which is one of the arguments for the introduction of this material into clinical practice. This in vitro study has shown that this ceramic can compete with zirconium made using CAD/CAM (Computer-Aided Design and Computer-Aided Manufacturing) methods.



Citation: Frąckiewicz, W.; Królikowski, M.; Kwiatkowski, K.; Sobolewska, E.; Szymlet, P.; Tomasiak, M. Comparison of Dental Zirconium Oxide Ceramics Produced Using Additive and Removal Technology for Prosthodontics and Restorative Dentistry—Strength and Surface Tests: An In Vitro Study. *Materials* **2024**, *17*, 168. <https://doi.org/10.3390/ma17010168>

Academic Editor: Lili Tan

Received: 28 November 2023

Revised: 14 December 2023

Accepted: 26 December 2023

Published: 28 December 2023

Keywords: 3D; three-dimensional; additive-manufacturing; zirconium; zirconium paste; 3D printing; dentistry; prosthodontics; 3DCeram; Ivoclar Digital



Copyright: © 2023 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

1. Introduction

Prosthetic restorations in dentistry can be divided into removable and fixed. The most popular removable restorations include partial or complete dentures, most often made of materials such as alloys of various metals, acrylic or more modern materials such as nylon, acetal or polyether ether ketone (PEEK), which were tested in recent studies [1,2]. Dental ceramics are often used to make permanent restorations placed on the patient's own teeth or implanted abutments. All-ceramic restorations have different mechanical and aesthetic properties, depending on the type of material used and the technology of their production [3,4]. Fixed restorations made on a metal base and then fused with feldspathic porcelain also have appropriate strength parameters but are much less aesthetic, mainly due

to exposing the metal beneath in the cervical region of the tooth [5]. Zirconium oxide is a material characterized by high mechanical strength, crack resistance, high biocompatibility and good aesthetic effect. The features of this material allow it to be often used in dentistry for making small permanent restorations such as inlays, onlays or overlays, as well as crowns and extensive bridges based on teeth or dental implants [6–8].

In dentistry, zirconium oxide began to be used in the 1970s. The combination of high aesthetics and functionality means that the indications for its use are constantly expanding [9]. Currently, zirconium oxide prosthetic restorations can be made using several technologies. The most popular and widely used is the subtractive method, called CAD/CAM technology which involves milling a permanent prosthetic restoration designed in special software using a milling machine [10–12]. Currently, there are many systems for producing zirconium oxide restorations on the market, and the most famous ones include Lava (3M-ESPE, Neuss, Germany), Procera (NobelBiocare, Mahwah, NJ, USA), Cercon (Dentsply Sirona, South Carolina, USA), Everest (KaVo Dental, Biberach an der Riß, Germany) and IPS e.max (Ivoclar Digital, Schaan, Liechtenstein).

The development of digitalization has allowed for the introduction of 3D printing into dentistry, which enables faster performance of individual stages of treatment in the dental office. This technology is used, among others, in surgery—thanks to the use of printed templates for inserting implants [13,14], as well as in orthodontics, allowing for the printing of special overlays or brackets for teeth using software adapted for this purpose [15,16]. This technology is also used in dental prosthetics. Three-dimensional printers can work with intraoral scanners and CAD/CAM softwares, which reduces the risk of human error and ensures the repeatability of results [17]. Based on a scan of a patient's mouth, a model of his teeth can be printed, avoiding the standard procedure of taking a conventional impression and casting a model of the teeth from an appropriate plaster. The use of a printer that operates unattended most of the time reduces the workload of the dental technician and enables the automation of the entire process [18,19].

The dynamic development of 3D printing has also allowed for the production of prosthetic restorations made of zirconium oxide using this technology. Most often, a variety of zirconium oxide stabilized with yttrium is used for this type of print [20]. Currently, several manufacturers offer various technologies that enable the production of prosthetic restorations by printing with zirconium oxide. A popular material is Lithoz 230Y (Lithoz, Vienna, Austria), produced using the proprietary LCM (Lithography-based Ceramic Manufacturing) technology of Lithoz (Vienna, Austria), in which the ceramic suspension is hardened layer-by-layer in visible (blue) light [21]. Another material used is 3DMix ZrO₂ (3DCeram, Bonnac-la-Côte, France), intended for printing using stereolithography (SLA) technology, in which a computer-controlled laser beam illuminates the surface of a photosensitive resin in the dictated shape of a given object, causing its polymerization [22]. SLA technology differs from DLP (Digital Light Processing) technology in that in SLA, the resin is hardened one point at a time, while in DLP, the entire layer of resin is hardened simultaneously [23].

In the case of zirconium oxide made using the subtractive technique, many authors point out [24,25] its high resistance to cracking and compression and also present the geometric structure of its surface [26]. In publications describing the mechanical properties and surface geometry characteristics of materials made using additive technology [27,28], there is insufficient data on density or hardness, as well as a very important feature for dental materials, which is their resistance to compression. Some authors have shown that the flexural strength of printed zirconia is lower than that of milled zirconia [29], but there are very few research results relating to the compressive strength of these materials.

The aim of this research was to compare the mechanical properties and assess the impact of strength tests on the change in the geometric structure of the surface of zirconium oxide produced by milling and 3D printing. The null hypothesis assumed that the tested materials have the same mechanical properties.

2. Materials and Methods

Twenty bars made of yttrium-stabilized zirconium oxide with the dimensions of $30 \times 5 \times 4$ mm and 20 cylinders with the dimensions of $\varnothing 5 \times 10$ mm [30] were made with two technologies: 10 samples of a given shape using subtractive technology (SM group) and additive technology (AM group). The samples were designed using special software (Exocad Rijeka 3.1, Exocad GmbH, Darmstadt, Germany), and their sample shape models (Figure 1) were exported in STL format.

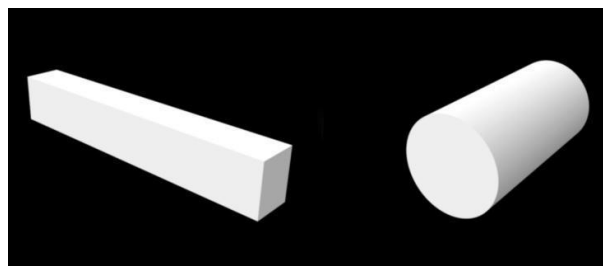


Figure 1. Schematic of the samples made using an STL file.

Samples from the SM group ($n = 20$) were made of monolithic discs of yttria-stabilized zirconium oxide (IPS e.max ZirCAD LT, Ivoclar Digital, Schaan, Liechtenstein) in shade A2. The samples were milled on a 4-axis milling and grinding machine (Z4, VHF, Ammerbuch, Germany), and then, in the device program (DentalCAM 7.08, VHF, Ammerbuch, Germany), a pattern was programmed on the discs for milling the samples with a magnification of 1.218 because zirconium oxide reduces its size during sintering. The samples were then sintered in an oven (HT-S Speed, Mihm-Vogt, Stutensee, Germany) to a temperature of 1530 degrees Celsius and then cooled slowly to room temperature according to the manufacturer's recommendations [31].

Samples in the AM group ($n = 20$) were made using a 3D printer (Ceramaker C900, 3DCeram, Bonnac-la-Côte, France), in which polymerization took place using a UV laser with a length of 355nm and a sintering point diameter of ~ 35 μ m located at the base of the platform. This printer prints using SLA (stereolithographic) technology, based on the suspension photopolymerization process. The slurry used to print parts (3DMix ZR3-F01, 3DCeram, Bonnac-la-Côte, France) is composed of ceramic powder (medical-grade zirconium oxide) and a photosensitive polymer. This polymer, or organic substances, was burned during the debonding process. Printed samples were heated gradually in an oven (HTL 20/17, Thermconcept GmbH, Bremen, Germany) to a temperature of 1450 degrees Celsius and then cooled to room temperature according to the manufacturer's recommendations. After sintering the suspension, only the ceramic structure remained [32].

2.1. Assessment of Flexural Strength

A bending test was performed on a three-point system consisting of two cylindrical supports with a diameter of 10 mm placed at a distance of $L = 28$ mm. Ten bar-shaped samples from each group were used for the test ($n = 10$), and the measurements were performed using a universal testing machine (ElectroPuls E10000, Instron, Norwood, MA, USA). The application point of the cylindrical load cell was located in the center of the sample (Figure 2), and the loading speed was 1 mm/min. During the test, force and displacement were recorded and converted into relative stresses and elongations. The test was carried out until the sample cracked and the maximum stress that the material could withstand was determined. The stress–strain characteristics corrected for the stiffness of the system allowed for the determination of longitudinal elasticity coefficients (Young's modulus) for the tested materials.

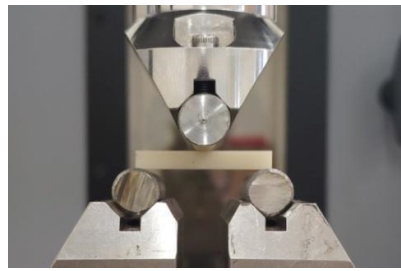


Figure 2. Specimen during bending test.

2.2. Assessment of Compressive Strength

The compressive strength of zirconium ceramics from both groups was measured. For the test, 10 cylinder-shaped samples from each group ($n = 10$) were used, which were placed perpendicular to the force of the device. Measurements were made using a universal servo-hydraulic testing machine (Instron 8850, Instron, Norwood, MA, USA). The deformation speed was 0.5 mm/min. Due to the very high stresses acting on the sample bases during compression, which could plastically indent the compression tables and damage them, the samples were compressed between sintered carbide plates (Figure 3). The maximum stress that the material can carry during compression to failure was determined. The stress–strain characteristics corrected for the stiffness of the system were also determined, and Young’s modulus in compression was determined.



Figure 3. Arrangement of the system for measuring compressive strength.

2.3. Density Assessment

Density was measured using a laboratory hydrostatic balance (ALZ60, AXIS, Gdańsk, Poland), which contains an appropriate kit for determining density with an accuracy of 0.015 g/cm³ (Figure 4), in accordance with the ISO 1183-1 standard [33]. Five samples from each group were used for measurements ($n = 5$). The measurement was made at a temperature of 23 °C using the following formula:

$$d = \frac{m_a}{(m_a - m_w)} \cdot d_w + d_a$$

where m_a is the mass of the sample in air, m_w is the mass of the sample in water, d_w is the density of water at 23 °C and d_a is the density of air.

2.4. Hardness Testing

Vickers hardness measurements were performed for each sample in two different places ($n = 20$). The measurements were made using a universal hardness tester (Wilson UH930, Buehler, Esslingen, Germany) by indenting with a force of 490.4 N for 10 s (HV50)—Figure 5. Then, the diagonals of the resulting impression were measured and, after entering the data into the system, the hardness for a given sample was calculated based on the area of the resulting cross-section.



Figure 4. Density measurement system.



Figure 5. Station for measuring Vickers hardness.

2.5. Analysis of the Geometric Structure of the Surface

To test the geometric structure, 10 bar-shaped samples from both groups were used, 5 from each group ($n = 5$). After production, the samples were not subjected to any processing to see what their surface looked like immediately after the sintering process. For the samples made using the subtractive method, surface parameters were checked on smooth surfaces, avoiding the surfaces where the samples were in contact with the disc holding them in the milling machine holder. For the 3D printing samples, this was not necessary because the surfaces were smooth from the beginning. Before the strength tests, the first measurement was made and then repeated on the bars cracked in half after the three-point bending test.

2.5.1. Roughness Assessment

A 3D Surface Metrology Microscope (DCM8, Leica Microsystems, Wetzlar, Germany) was used to assess the geometric structure of the sample surfaces. The microscope is equipped with an anti-vibration base, a rotating stage and a turret with objectives (Figure 6). The microscope can operate in profilometer and optical microscopy mode. The available operating modes are confocal, interferometric and variable focus. The microscope works with lighting of any color configuration.

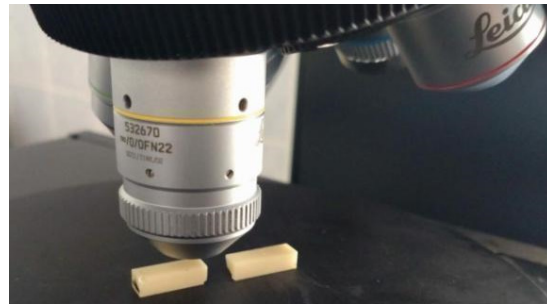


Figure 6. Geometric structure of the surface measurement of the sample surface near the fracture.

Bar-shaped samples were measured at 5 points from both the AM ($n = 5$) and SM ($n = 5$) groups. In order to avoid reflections resulting from the external structure of the samples, the interferometric mode was used. In accordance with the ISO 25178 standard [34], the parameters presented in Table 1 were estimated.

Table 1. Surface parameters estimated in this study.

Sq	Root-mean-square height	$Sq = \sqrt{\frac{1}{A} \int \int_A z^2(x,y) dx dy}$
Ssk	Skewness	Skewness of the height distribution. $Ssk = \frac{1}{Sq^3} \left[\frac{1}{A} \int \int_A z^3(x,y) dx dy \right]$
Sku	Kurtosis	Kurtosis of the height distribution. $Sku = \frac{1}{Sq^4} \left[\frac{1}{A} \int \int_A z^4(x,y) dx dy \right]$
Sp	Maximum peak height	Height between the highest peak and the mean plane.
Sv	Maximum pit depth	Depth between the mean plane and the deepest valley.
Sz	Maximum height	Height between the highest peak and the deepest valley.
Sa	Arithmetic mean height	Mean surface roughness. $Sa = \frac{1}{A} \int \int_A z(x,y) dx dy$

Measurements in the interferometric mode were performed using a dedicated objective (HC PL FLUOTAR 10x/0.30 3.57 Mirau, Leica Microsystems, Wetzlar, Germany).

2.5.2. Visual Assessment of Crack Propagation

In order to visually analyze the propagation and form of cracks inside the material, fracture measurement was performed for selected samples after milling and sintering (AM). The forms of breakthroughs did not differ very much. However, the fractures of samples made using the two compared methods were so irregular that no numerical parameters were collected for them, e.g., Sv, Sa, or Sq. Imaging of breakthroughs was performed in variable focus mode with a dedicated lens (N PLAN L 20X 0.40 10.8, Leica Microsystems, Wetzlar, Germany) using white light (Figure 7).

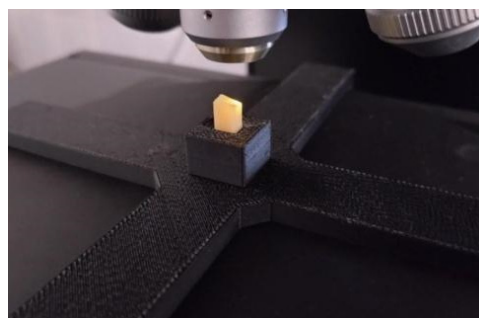


Figure 7. Imaging of the sample surface in a fracture. The handle was printed with a 3D printer for repeatability.

2.6. Statistical Analysis

For descriptive analysis, the mean and standard deviation of a given group of ceramics were calculated. Student's *t*-test was used to assess the normality of data distribution ($p < 0.01$). The data were distributed normally. A comparison of the mean results of both materials was made based on the ISO 2854 standard [35], and the results for each feature are presented in Table 2 with a confidence interval of 99%.

Table 2. Results of measurements of mechanical parameters.

Characteristic	SM Group		AM Group	
	Mean Value	Confidence Interval 99%	Mean Value	Confidence Interval 99%
Flexural strength (MPa)	688	100	813	265
Young modulus—for flexural strength (GPa)	203	11	206	11
Compressive strength (GPa)	3.99	0.65	4.16	0.53
Young modulus—for compressive strength (GPa)	230	31	231	37
Density (g/cm ³)	6.056	0.031	6.003	0.035
Hardness (HV)	1285	30	1319	23

3. Results

3.1. Assessment of Flexural Strength

The load at break was recorded for each sample and their flexural strength was calculated. In the case of the SM group, it was 688 ± 100 MPa (99% confidence interval [CI] 588 to 788 MPa), and in the AM group, it was 813 ± 265 MPa (99% CI 548 to 1078 MPa). The arithmetic means of both materials did not differ statistically at the given test significance level ($p < 0.01$). Flexural Young's moduli were also recorded for both materials, which were 203 ± 11 GPa (99% CI 192 to 214 GPa) for the AM group and 206 ± 11 GPa (99% CI 195 to 217 GPa) for the SM group, respectively. Using the same statistical method as for the assessment of bending strength, no statistically significant differences were found ($p < 0.01$).

3.2. Assessment of Compressive Strength

Cylindrical samples were loaded to failure, and their compressive strength was determined. In the SM group, the compressive strength was 3.99 ± 0.65 GPa (99% CI 3.34 to 4.64 GPa), and in the AM group, it was 4.16 ± 0.53 GPa (99% CI 3.63 to 4.69 GPa). In the statistical analysis at the test significance level ($p < 0.01$), the compressive strength results of the tested materials did not differ from each other. The Young's moduli in compression were 231 ± 37 GPa (99% CI 194 to 268 GPa) for the AM group and 230 ± 31 GPa (99% CI 199 to 261 GPa) for the SM group, respectively, and no statistical differences were found between the materials at the significance $p < 0.01$.

3.3. Density Assessment

Five samples were selected for density measurement from each group. In the SM group, the average density was 6.056 ± 0.031 g/cm³ (99% CI 6.025 to 6.087 g/cm³), and in the AM group, it was 6.003 ± 0.035 g/cm³ (99% CI 5.968 to 6.038 g/cm³). Static analysis at the significance level of $p < 0.01$ indicated that the differences in material densities were statistically significant.

3.4. Hardness Testing

The SM group showed lower hardness values than the AM group at 1285 ± 30 HV (99% CI 1255 to 1315 HV) and 1319 ± 23 HV (99% CI 1296 to 1342 HV), respectively. The estimated means did not differ from each other statistically at the significance level of $p < 0.01$. All mechanical parameter results are compared in Table 2.

3.5. Analysis of the Geometric Structure of the Surface

3.5.1. Assessment of the Geometric Structure of Surfaces

Measurements were made on samples with a rectangular cross-section both before and after the strength test. Before the test, each sample was measured at the center where the breakthrough was expected. After the test, measurements were taken in two places immediately around the breakthrough.

The measurement protocol with the collected geometric structure of the surface data from a surface section of 1753 (X) × 1320 mm (Y) with a resolution of 1360 (X) × 1024 points (Y) is presented in the figures below. The geometric structure of the surface measurement results of samples from the SM group before fracture are shown in Figure 8, while Figure 9 shows the surface of the same sample after the bending test.

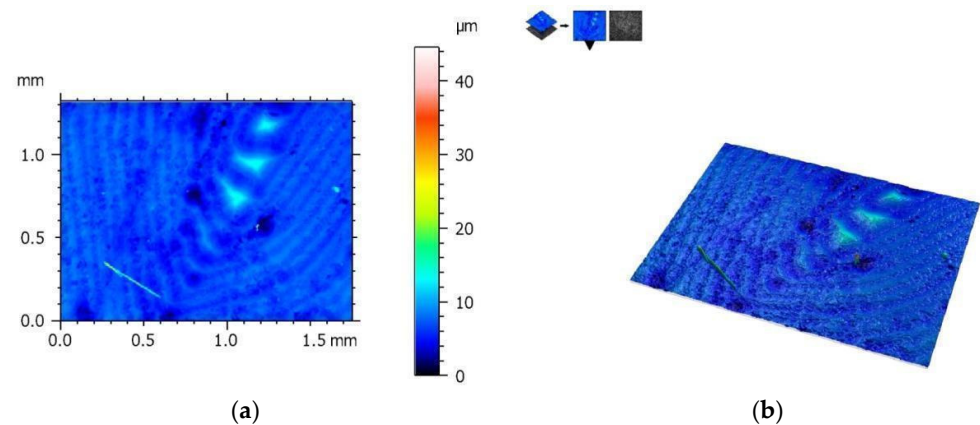


Figure 8. View of the height histogram in simulated colors for one of the samples from the SM group: (a) 2D view and (b) 3D view.

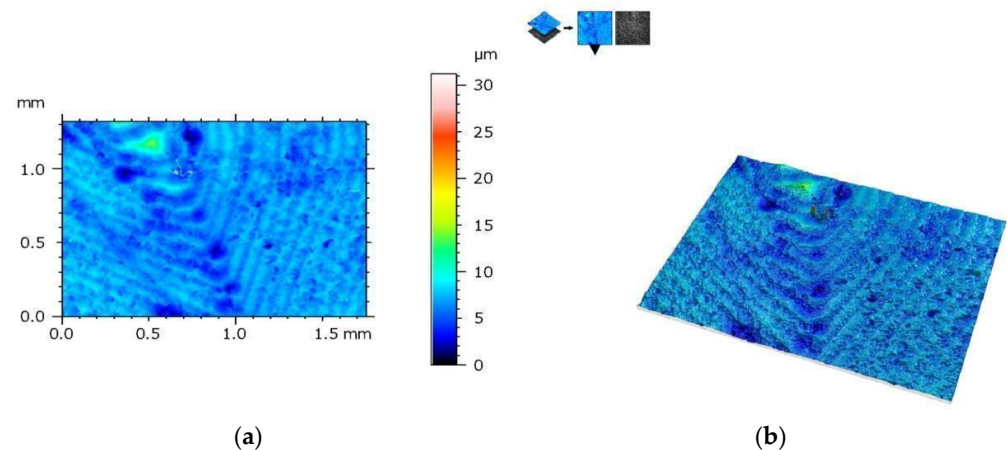


Figure 9. The same sample after fracture (SM group)—geometric structure of the surface: (a) 2D view and (b) 3D view.

On the other hand, Figure 10 shows the measurement results of the AM group samples before bending tests, and Figure 11 shows the measurement results after these tests. The results are presented from the center of the specimen, where fracture is expected in the three-point bending test.

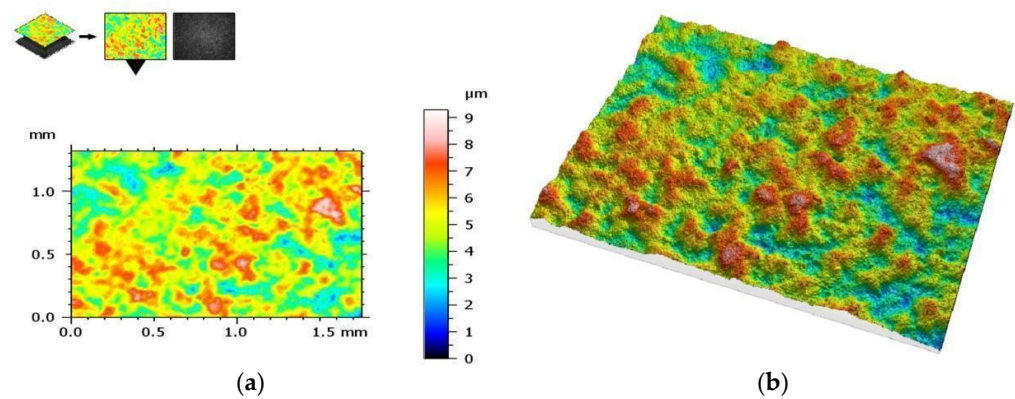


Figure 10. View of the height histogram in simulated colors for one of the samples from the AM group: (a) 2D view and (b) 3D view.

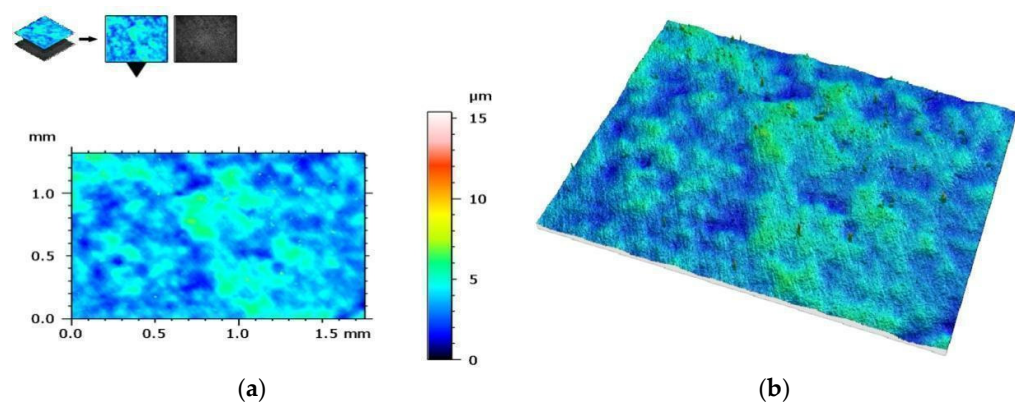


Figure 11. The same sample after fracture (AM group)—geometric structure of the surface: (a) 2D view and (b) 3D view.

Tables 3 and 4 summarize the results of the geometric structure of the surface parameters for both groups. The tests showed that the samples made additively (AM group) and subtractively (SM group) have only minor changes near the crack, but in the case of the samples from the AM group, these changes are minimal. When examining the crack form under a microscope, noticeable similarities are observed between both types of materials.

Table 3. Geometric structure of the surface results for the SM group samples before and after rupture.

Summary of the Geometric Structure of the Surface Parameters for Samples from the SM Group before Cracking					
Parameter	Unit	Mean Value	Standard Deviation	Minimum	Maximum
Sq	μm	1.19	0.29	0.89	1.69
Ssk		2.5	3.6	−1.2	8.1
Sku		78	88	6	235
Sp	μm	26	16	6	44
Sv	μm	9.7	2.5	6.7	13.1
Sz	μm	35	17	14	56
Sa	μm	0.74	0.10	0.62	0.92

Table 3. Cont.

Summary of the Geometric Structure of the Surface Parameters for Samples from the SM Group after Cracking					
Parameter	Unit	Mean Value	Standard Deviation	Minimum	Maximum
Sq	μm	1.17	0.29	0.83	1.52
Ssk		2.1	4.5	−1.0	10.9
Sku		89	102	10	288
Sp	μm	32	14	13	48
Sv	μm	9.6	2.9	6.4	14.5
Sz	μm	42	16	22	63
Sa	μm	0.76	0.13	0.59	0.92

Table 4. Geometric structure of the surface results for the AM group samples before and after rupture.

Summary of the Geometric Structure of the Surface Parameters for Samples from the AM Group before Cracking					
Parameter	Unit	Mean Value	Standard Deviation	Minimum	Maximum
Sq	μm	0.99	0.36	0.34	1.39
Ssk		−0.08	0.16	−0.36	0.10
Sku		4.1	2.7	2.6	9.5
Sp	μm	5.04	0.91	3.92	6.48
Sv	μm	4.17	0.68	3.30	5.06
Sz	μm	9.2	1.1	7.2	10.3
Sa	μm	0.79	0.30	0.26	1.12
Summary of the Geometric Structure of the Surface Parameters for Samples from the AM Group after Cracking					
Parameter	Unit	Mean Value	Standard Deviation	Minimum	Maximum
Sq	μm	1.08	0.30	0.63	1.42
Ssk		1.9	2.4	0.0	5.8
Sku		39	52	3	138
Sp	μm	19	11	11	40
Sv	μm	6.0	2.4	3.5	10.6
Sz	μm	25	11	15	45
Sa	μm	0.82	0.25	0.42	1.07

3.5.2. Visual Assessment of Crack Propagation

A visual assessment of the crack shape for samples from the SM group is presented in Figure 12, and a similar assessment for a sample from the AM group is presented in Figure 13. The crack shape is very similar.

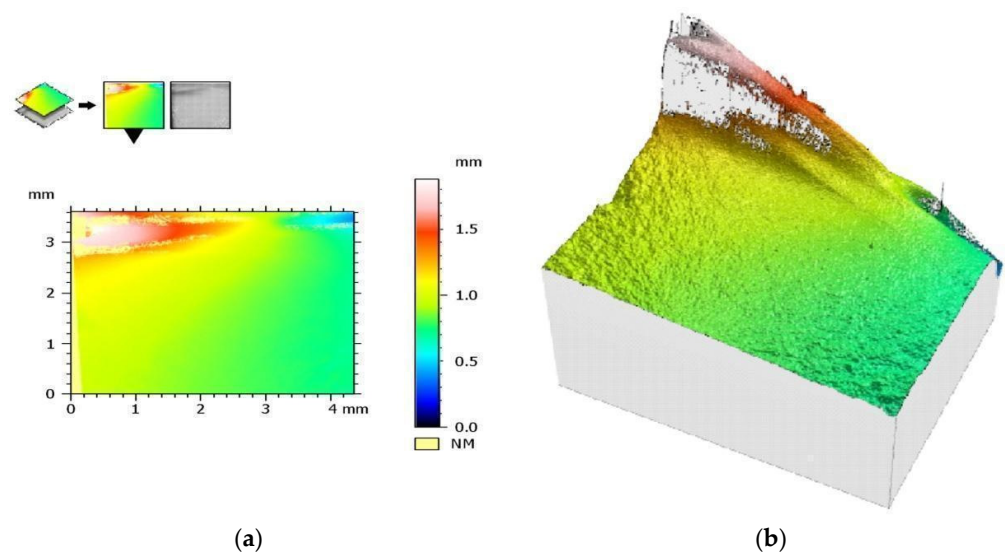


Figure 12. Sample from the SM group: (a) a color histogram of simulated breakthrough forms and (b) a 3D color view of simulated fracture forms.

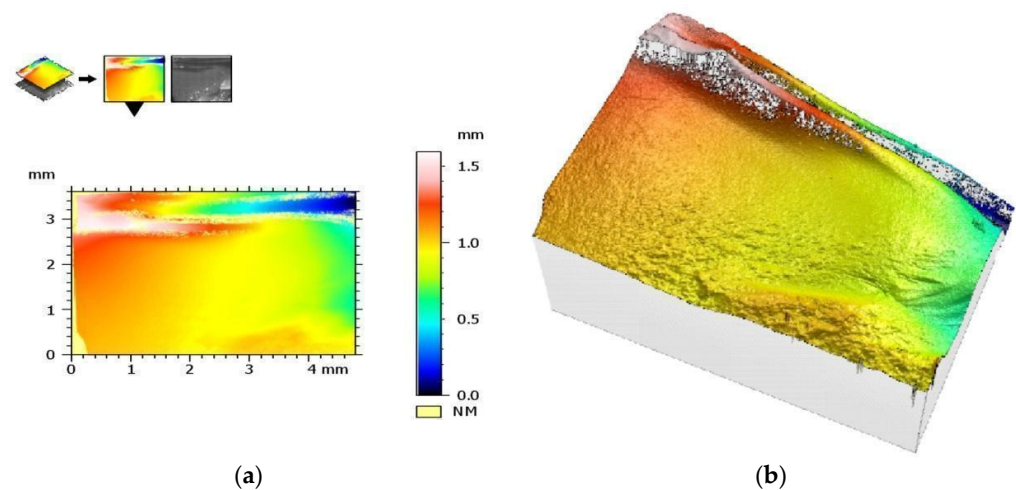


Figure 13. Sample from the AM group: (a) a color histogram of simulated breakthrough forms and (b) a 3D color view of simulated fracture forms.

4. Discussion

In modern dentistry, a big challenge is to create a durable and biocompatible prosthetic restoration. The expectations of clinicians and the needs of patients are met using materials with properties similar to human tooth tissues, including zirconium oxide as described in this study. The development of the latest technologies allows for the use of various methods to produce this material. The above *in vitro* study was aimed at comparing mechanical parameters, such as density and hardness, flexural and compressive strength, and the geometric structure of milled and additively manufactured zirconium oxide.

The originally assumed null hypothesis was fully confirmed with the endurance tests. The tests showed no statistically significant differences between the two materials at the 0.01 significance level. Our study did not show a statistical difference between the materials, contrary to the study by Baysal et al. [36], where printed zirconia showed weaker results than milled zirconium oxide with a value of 1501 ± 60 HV in the SM group, i.e., a significantly higher HV value than in the AM group (1169 ± 48 HV). The reason for the difference in both studies may be the samples used in both studies: despite using the same study material, Baysal et al.'s samples were made with another printer (Carmel 1400,

XJet, Rehovot, Israel). It would take more research to show the differences between these two printers.

The flexural strength of natural molars is between 103 and 167 MPa, so regardless of the test results of the AM group or SM group, it is sufficient to replace natural teeth. The flexural strength in our own tests was 813 ± 265 MPa for the AM group and 688 ± 100 MPa for the SM group. The difference, although quite significant, is not statistically significant at the 0.01 level of significance due to the large scatter of partial results, which is typical for brittle materials. Revilla-León et al. [29] used the same material to test this feature, but the result of their research indicated completely opposite results: 320 ± 40 MPa and 914 ± 68 MPa for the AM and SM groups, respectively. On the other hand, the results of own research agree with the results of the work of Zandinejad et al. [37], who calculated that their AM zircon with 0% porosity (AMZ0) showed the highest flexural strength value of 755 ± 147 MPa. Their findings also disagree with those of the previous author [29]. In another study, Revilla-León et al. [38] used a material produced using LCM technology (LithaCon 3Y 210; Lithoz, Vienna, Austria) instead of zirconium produced using SLA (3DMix ZrO₂, 3DCeram, Bonnac-la-Côte France) and obtained results of 1519 ± 259 MPa for 3D printing samples, which obtained significantly higher average values of bending strength compared with milled samples (981 ± 130 MPa). The reason for such visible differences between studies can be explained by different chemical compositions of the materials, changes during production procedures, or differences in the porosity of a given material. Some authors also believe that the post-production process of zirconium may affect its mechanical properties, such as its polishing, which can significantly improve its bending strength [39].

The current literature lacks information on the compressive strength of printed zirconia, even though it is a very important feature of a material used in the oral cavity. Our own tests showed compressive strength of 3.99 ± 0.65 GPa in the SM group and 4.16 ± 0.53 GPa in the AM group. Among the articles, only one paper [28] discussed additively produced zirconium oxide with respect to this feature, but due to the different material and production process, as well as very low results of 60–172 MPa, which seem unreliable, there is no reason to compare the results of these studies.

Even though Young's modulus is a material constant, it is typical that higher Young's modulus results are obtained in compression (or tension) than in bending. This is due to, among others, the failure to take into account shear forces during analytical calculations for bending and the fact that in bending, the stress distribution is very uneven compared with compression. The elasticity of both tested ceramics, both in bending and in compression, as expressed by the calculated Young's modulus, turned out to be so similar for both materials that the authors decided not to calculate the Poisson's and Weibull's ratio.

Density is one of the characteristics of ceramics that can have a large impact on its mechanical properties. In the study by Opalinska et al. [40], it was found that as the size of nanoparticles decreases or the specific surface area increases, the density of nanoparticles decreases [22]. This may be due to the production technique or the quality of the material. The authors of the studies on zirconium oxide [36,41] obtained density results of ~ 6 g/cm³. In our own research, very similar results were obtained: in the AM group, a lower ceramic density was found than in the SM group with values of 6.003 ± 0.035 g/cm³ and 6.056 ± 0.031 g/cm³, respectively. These differences, although small, are statistically significant at the significance level of $p < 0.01$.

SLA zirconium oxide exhibits different mechanical properties depending on the roughness of its surface. Arranging the printed layers parallel to the stretching side improves its mechanical properties. To obtain the best quality of the material, it is necessary to reduce the surface roughness of the final product and also reduce its porosity [37]. The information resulting from these studies means that in order to obtain the best possible results for this material in future studies, its density should be high, the length of the printing layer should be as long as possible, and it should be subjected to surface treatment after sintering. Tooth restoration using additively manufactured zirconium oxide reduces the requirements for

the post-production process due to the lack of a connector between the milled part and the disc or block in which it is originally held, which occurs using CAD/CAM technology [42].

Thanks to the ability to create complex designs, save materials, and produce structures not only from zirconium but also from other materials, additive manufacturing technologies may pose strong competition to traditional milled ceramics techniques in the future. Moreover, this technique allows for the creation of both partially sintered (porous) and fully sintered (solid) structures. The results of this study indicate that zirconium can be used for dental applications due to its mechanical parameters and geometric structure.

The Limitations of This Study

The purpose of this study was to demonstrate the difference between the materials in terms of mechanical and surface parameters. Three-dimensional ceramics printing is a new technology; therefore, prints also involve high prices for the production of samples both for research purposes and initially for use in the dental industry for use on patients. Currently, there are also no clinical tests that allow for predicting how this ceramic will behave in the patient's oral cavity because the material used for SLA printing in this study, despite containing medical-grade powdered zirconium, does not have an ISO 13485 [43] license for its use in the necessary medical industry. This is another issue that must be resolved before the material can be introduced into the broader dental market. Additionally, this study performed by the authors was not able to determine how the material behaves directly in the oral cavity. As previously performed for composite materials, the effect of immersion in acidic drinks [44] and aging [45] should also be tested by comparing both additive and removal technology for zirconium oxide ceramics.

5. Conclusions

This study may provide a technical justification for developing indications for the wider use of 3D-printed ceramics in clinical practice. The tests and analyses performed showed that at the 99% confidence level ($p < 0.01$), the mechanical properties of ceramics produced with additive technology are statistically the same as those of milled zirconium ceramics. The tested ceramics differ slightly in density, and in the additive technique, a material with a lower density is obtained, but the difference in density is so small that it does not affect the mechanical properties. The geometric structure of the surface analysis of samples from both the subtractively (SM) and the additively manufactured groups show only slight changes near the fracture for samples from the AM group. However, these changes are negligible. Visual microscopic assessment of the fracture form shows significant similarities for both types of samples. In terms of the tests performed, the material is able to compete with zirconium oxide made with milling technology, but *in vivo* tests must first be completed before it can be introduced into everyday clinical use in dentistry.

Author Contributions: Conceptualization, W.F. and M.K.; formal analysis, M.K., K.K. and M.T.; investigation, W.F., M.K. and K.K.; methodology, E.S., P.S. and W.F.; software, K.K., M.K. and M.T.; supervision, E.S., M.T. and M.K.; writing—original draft, W.F.; writing—review and editing, E.S. and M.K. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Funding: The DCM8 microscope, Leica Microsystems, Germany was purchased as part of a targeted subsidy for the implementation of an investment related to scientific activities by the Ministry of Science and Higher Education. Contract No. 7195/IA/SP/2021.

Institutional Review Board Statement: Not applicable.

Informed Consent Statement: Not applicable.

Data Availability Statement: Data are contained within the article.

Acknowledgments: We are grateful to Creatz3D, Singapore for supplying the study materials and for supporting this study.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflicts of interest.

References



1. Macura-Karbownik, A.; Chladek, G.; Żmudzki, J.; Kasperski, J. Chewing efficiency and occlusal forces in PMMA, acetal and polyamide removable partial denture wearers. *Acta Bioeng. Biomech.* **2016**, *18*, 137–144. [[PubMed](#)]
2. Wang, B.; Huang, M.; Dang, P.; Xie, J.; Zhang, X.; Yan, X. PEEK in Fixed Dental Prostheses: Application and Adhesion Improvement. *Polymers* **2022**, *14*, 2323. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
3. Donovan, T.E. Factors essential for successful all-ceramic restorations. *J. Am. Dent. Assoc.* **2008**, *139*, S14–S18. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
4. Jacinta, M.; Costa, M.D.; Rubo, J.H.; Pegoraro, L.F.; Santos, G.C., Jr. Current All-Ceramic Systems in Dentistry: A Review. *Compend. Contin. Educ. Dent.* **2015**, *36*, 31–38.
5. Paniz, G.; Kim, Y.; Abualsaud, H.; Hirayama, H. Influence of framework design on the cervical color of metal ceramic crowns. *J. Prosthet. Dent.* **2011**, *106*, 310–318. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
6. Holman, C.D.; Lien, W.; Gallardo, F.F.; Vandewalle, K.S. Assessing Flexural Strength Degradation of New Cubic Containing Zirconia Materials. *J. Contemp. Dent. Pract.* **2020**, *21*, 114–118. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
7. Guess, P.C.; Att, W.; Strub, J.R. Zirconia in fixed implant prosthodontics. *Clin. Implant. Dent. Relat. Res.* **2010**, *14*, 633–645. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
8. Mijiritsky, E.; Elad, A.; Krausz, R.; Ivanova, V.; Zlatev, S. Clinical performance of full-arch implant-supported fixed restorations made of monolithic zirconia luted to a titanium bar: A retrospective study with a mean follow-up of 16 months. *J. Dent.* **2023**, *137*, 104675. [[CrossRef](#)]
9. Moreira, A.; Freitas, F.; Marques, D.; Caramês, J. Aesthetic Rehabilitation of a Patient with Bruxism Using Ceramic Veneers and Overlays Combined with Four-Point Monolithic Zirconia Crowns for Occlusal Stabilization: A 4-Year Follow-Up. *Case Rep. Dent.* **2019**, *2019*, 1640563. [[CrossRef](#)]
10. Altan, B.; Cinar, S.; Tuncelli, B. Evaluation of shear bond strength of zirconia-based monolithic CAD-CAM materials to resin cement after different surface treatments. *Niger. J. Clin. Pract.* **2019**, *22*, 1475–1482. [[CrossRef](#)]
11. Kelly, J.R. Developing meaningful systematic review of CAD/CAM reconstructions and fiber-reinforced composites. *Clin. Oral Implant. Res.* **2007**, *18*, 205–217. [[CrossRef](#)]
12. Baba, N.Z.; Goodacre, B.J.; Goodacre, C.J.; Müller, F.; Wagner, S. CAD/CAM Complete Denture Systems and Physical Properties: A Review of the Literature. *J. Prosthodont.* **2020**, *30*, 113–124. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
13. Yeung, M.; Abdulmajeed, A.; Carrico, C.K.; Deeb, G.R.; Bencharit, S. Accuracy and precision of 3D-printed implant surgical guides with different implant systems: An in vitro study. *J. Prosthet. Dent.* **2019**, *123*, 821–828. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
14. Dioguardi, M.; Spirito, F.; Quarta, C.; Sovereto, D.; Basile, E.; Ballini, A.; Caloro, G.A.; Troiano, G.; Muzio, L.L.; Mastrangelo, F. Guided Dental Implant Surgery: Systematic Review. *J. Clin. Med.* **2023**, *12*, 1490. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
15. Haynie, A.S.; English, J.D.; Paravina, R.D.; Moon, A.; Hanigan, J.; Abu Al Tamn, M.A.; Kasper, F.K. Colour stability of 3D-printed resin orthodontic brackets. *J. Orthod.* **2021**, *48*, 241–249. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
16. Tartaglia, G.M.; Mapelli, A.; Maspero, C.; Santaniello, T.; Serafin, M.; Farronato, M.; Caprioglio, A. Direct 3D Printing of Clear Orthodontic Aligners: Current State and Future Possibilities. *Materials* **2021**, *14*, 1799. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
17. Tian, Y.; Chen, C.; Xu, X.; Wang, J.; Hou, X.; Li, K.; Lu, X.; Shi, H.; Lee, E.-S.; Jiang, H.B. A Review of 3D Printing in Dentistry: Technologies, Affecting Factors, and Applications. *Scanning* **2021**, *2021*, 9950131. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
18. Anadioti, E.; Musharbash, L.; Blatz, M.B.; Papavasiliou, G.; Kamposiora, P. 3D printed complete removable dental prostheses: A narrative review. *BMC Oral Health* **2020**, *20*, 343. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
19. Kihara, H.; Sugawara, S.; Yokota, J.; Takafuji, K.; Fukazawa, S.; Tamada, A.; Hatakeyama, W.; Kondo, H. Applications of three-dimensional printers in prosthetic dentistry. *J. Oral Sci.* **2021**, *63*, 212–216. [[CrossRef](#)]
20. Mei, Z.; Lu, Y.; Lou, Y.; Yu, P.; Sun, M.; Tan, X.; Zhang, J.; Yue, L.; Yu, H. Determination of Hardness and Fracture Toughness of Y-TZP Manufactured by Digital Light Processing through the Indentation Technique. *Biomed. Res. Int.* **2021**, *2021*, 6612840.
21. Gatto, M.L.; Groppo, R.; Furlani, M.; Giuliani, A.; Mangano, C.; Mangano, F. Lithography-based Ceramic Manufacturing (LCM) versus Milled Zirconia Blocks under uniaxial compressive loading: An in vitro comparative study. *J. Dent.* **2021**, *116*, 103886. [[CrossRef](#)]
22. Branco, A.C.; Colaço, R.; Figueiredo-Pina, C.G.; Serro, A.P. Recent Advances on 3D-Printed Zirconia-Based Dental Materials: A Review. *Materials* **2023**, *16*, 1860. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
23. Unkovskiy, A.; Schmidt, F.; Beuer, F.; Li, P.; Spintzyk, S.; Fernandez, P.K. Stereolithography vs. Direct Light Processing for Rapid Manufacturing of Complete Denture Bases: An In Vitro Accuracy Analysis. *J. Clin. Med.* **2021**, *10*, 1070. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
24. Buso, L.; Oliveira-Júnior, O.B.; Hiroshi Fujii, F.; Leão Lombardo, G.H.; Ramalho Sarmiento, H.; Campos, F.; Assunção Souza, R.O. Biaxial flexural strength of CAD/CAM ceramics. *Minerva Stomatol.* **2011**, *60*, 311–319. [[PubMed](#)]
25. Zahran, M.; El-Mowafy, O.; Tam, L.; Watson, P.A.; Finer, Y. Fracture strength and fatigue resistance of all-ceramic molar crowns manufactured with CAD/CAM technology. *J. Prosthodont.* **2008**, *17*, 370–377. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
26. Limpuangthip, N.; Pooanthanasarn, E.; Salimee, P. Surface Roughness and Hardness of CAD/CAM Ceramic Materials after Polishing with a Multipurpose Polishing Kit: An In Vitro Study. *Eur. J. Dent.* **2022**. [[CrossRef](#)]
27. Liebermann, A.; Schultheis, A.; Faber, F.; Rammelsberg, P.; Rues, S.; Schwindling, F. Impact of post printing cleaning methods on geometry, transmission, roughness parameters, and flexural strength of 3D-printed zirconia. *Dent. Mater.* **2023**, *39*, 625–633. [[CrossRef](#)]

28. Buj-Corral, I.; Vidal, D.; Tejo-Otero, A.; Padilla, J.A.; Xuriguera, E.; Fenollosa-Artés, F. Characterization of 3D Printed Yttria-Stabilized Zirconia Parts for Use in Prostheses. *Nanomaterials* **2021**, *11*, 2942. [[CrossRef](#)]
29. Revilla-León, M.; Husain, N.A.-H.; Ceballos, L.; Özcan, M. Flexural strength and Weibull characteristics of stereolithography additive manufactured versus milled zirconia. *J. Prosthet. Dent.* **2020**, *125*, 685–690. [[CrossRef](#)]
30. Machry, R.V.; Dapieve, K.S.; Cadore-Rodrigues, A.C.; Werner, A.; de Jager, N.; Pereira, G.K.R.; Valandro, L.F.; Kleverlaan, C.J. Mechanical characterization of a multi-layered zirconia: Flexural strength, hardness, and fracture toughness of the different layers. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* **2022**, *135*, 105455. [[CrossRef](#)]
31. Vardhaman, S.; Borba, M.R.; Kaizer, M.; Kim, D.; Zhang, Y. Wear behavior and microstructural characterization of translucent multilayer zirconia. *Dent. Mater. Off. Publ. Acad. Dent. Mater.* **2020**, *36*, 1407–1417. [[CrossRef](#)]
32. Miura, S.; Shinya, A.; Ishida, Y.; Fujisawa, M. Mechanical and surface properties of additive manufactured zirconia under the different building directions. *J. Prosthodont. Res.* **2022**, *67*, 410–417. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
33. *ISO 1183-1*; Plastics—Methods for Determining the Density of Non-Porous Plastics—Part 1: Immersion Method, Liquid Pycnometer Method and Titration Method. ISO: Geneva, Switzerland, 2019.
34. *ISO 25178*; Geometrical Product Specifications (GPS). Surface Texture: Areal—Part 2: Terms, Definitions and Surface Texture Parameters. ISO: Geneva, Switzerland, 2021.
35. *ISO 2854*; Statistical Interpretation of Data. Techniques of Estimation and Tests Relating to Means and Variances. ISO: Geneva, Switzerland, 1976.
36. Baysal, N.; Tuğba Kalyoncuoğlu, Ü.; Ayyıldız, S. Mechanical Properties and Bond Strength of Additively Manufactured and Milled Dental Zirconia: A Pilot Study. *J. Prosthodont.* **2022**, *31*, 629–634. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
37. Zandinejad, A.; Das, O.; Barmak, A.B.; Kuttolamadom, M.; Revilla-León, M. The Flexural Strength and Flexural Modulus of Stereolithography Additively Manufactured Zirconia with Different Porosities. *J. Prosthodont.* **2021**, *31*, 434–440. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
38. Revilla-León, M.; Husain, N.A.; Barmak, A.B.; Pérez-López, J.; Raigrodski, A.J.; Özcan, M. Chemical Composition and Flexural Strength Discrepancies Between Milled and Lithography-Based Additively Manufactured Zirconia. *J. Prosthodont.* **2022**, *31*, 778–783. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
39. Lu, Y.; Wang, L.; Piva, A.D.; Tribst, J.; Nedeljkovic, I.; Kleverlaan, C.; Feilzer, A. Influence of surface finishing and printing layer orientation on surface roughness and flexural strength of stereolithography-manufactured dental zirconia. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* **2023**, *143*, 105944. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
40. Opalińska, A.; Malka, I.; Dzwolak, W.; Chudoba, T.; Presz, A.; Lojkowski, W. Size-dependent density of zirconia nanoparticles. *Beilstein J. Nanotechnol.* **2015**, *6*, 27–35. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
41. Li, R.; Wang, Y.; Hu, M.; Wang, Y.; Xv, Y.; Liu, Y.; Sun, Y. Strength and Adaptation of Stereolithography-Fabricated Zirconia Dental Crowns: An In Vitro Study. *Int. J. Prosthodont.* **2019**, *32*, 439–443. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
42. Patil, A.; Bomze, D.; Gopal, V. Wear behaviour of lithography ceramic manufactured dental zirconia. *BMC Oral Health* **2023**, *23*, 276. [[CrossRef](#)]
43. *ISO 13485*; Medical Devices. Quality Management Systems. Requirements for Regulatory Purposes. ISO: Geneva, Switzerland, 2016.
44. Colombo, M.; Gallo, S.; Poggio, C.; Ricaldone, V.; Arciola, C.R.; Scribante, A. New Resin-Based Bulk-Fill Composites: In Vitro Evaluation of Micro-Hardness and Depth of Cure as Infection Risk Indexes. *Materials* **2020**, *13*, 1308. [[CrossRef](#)]
45. Kamatchi, M.; Ajay, R.; Gawthaman, M.; Maheshmathian, V.; Preethi, K.; Gayatrikumary, T. Tensile Bond Strength and Marginal Integrity of a Self-adhering and a Self-etch Adhesive Flowable Composite after Artificial Thermomechanical Aging. *Int. J. Clin. Pediatr. Dent.* **2022**, *15*, 204–209. [[CrossRef](#)]

Disclaimer/Publisher’s Note: The statements, opinions and data contained in all publications are solely those of the individual author(s) and contributor(s) and not of MDPI and/or the editor(s). MDPI and/or the editor(s) disclaim responsibility for any injury to people or property resulting from any ideas, methods, instructions or products referred to in the content.

Article

Comparison of the Intensity of Biofilm Production by Oral Microflora and Its Adhesion on the Surface of Zirconia Produced in Additive and Subtractive Technology: An In Vitro Study

Wojciech Frąckiewicz ^{1,*}, Agata Pruss ², Marcin Królikowski ³, Paweł Szymlet ¹ and Ewa Sobolewska ¹

¹ Department of Dental Prosthetics, Faculty of Medicine and Dentistry, Pomeranian Medical University in Szczecin, 70-111 Szczecin, Poland

² Department of Laboratory Medicine, Faculty of Medicine and Dentistry, Pomeranian Medical University in Szczecin, 70-111 Szczecin, Poland

³ Department of Manufacturing Engineering, Faculty of Mechanical Engineering and Mechatronics, West Pomeranian University of Technology in Szczecin, 70-310 Szczecin, Poland

* Correspondence: woj.frackiewicz@gmail.com; Tel.: +48-517-981-503

Abstract: Background: This in vitro study set out to find out how well oral cavity-dwelling bacteria can form biofilms and adhere on the surfaces of zirconium oxide samples created by 3D printing and milling technologies. Methods: 5 strains of microorganisms were used for the study, and 40 zirconium oxide samples were prepared, which were divided into two groups ($n = 20$)—20 samples produced using removal technology comprised the control group, while 20 samples produced by 3D printing technology comprised the test group. The prepared samples were placed in culture media of bacteria and fungi that naturally occur in the oral cavity. Then, the intensity of biofilm build-up on the samples was determined using qualitative and quantitative methods. The results for both materials were compared with each other. Results: No variations in the degree of biofilm deposition on zirconium oxide samples were found for the microorganisms *Streptococcus mutans*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Enterococcus faecalis*, and *Staphylococcus aureus*. For *Candida albicans* fungi, more intense biofilm deposition was observed on samples made using 3D printing technology, but these differences were not statistically significant. Conclusion: The biofilm accumulation intensity of ceramics produced by additive technology is comparable to that of milled zirconium oxide, which supports the material's broader use in clinical practice from a microbiological perspective. This ceramic has demonstrated its ability to compete with zirconium oxide produced by milling techniques in in vitro experiments, but sadly, no in vivo tests have yet been found to determine how this material will function in a patient's oral cavity.

Keywords: three-dimensional; additive-manufacturing; zirconium; 3D printing; biofilm; microflora; saliva; bacteria; dentistry; prosthodontics



Citation: Frąckiewicz, W.; Pruss, A.; Królikowski, M.; Szymlet, P.; Sobolewska, E. Comparison of the Intensity of Biofilm Production by Oral Microflora and Its Adhesion on the Surface of Zirconia Produced in Additive and Subtractive Technology: An In Vitro Study. *Materials* **2024**, *17*, 1231. <https://doi.org/10.3390/ma17061231>

Academic Editor: Bongju Kim

Received: 9 February 2024

Revised: 28 February 2024

Accepted: 4 March 2024

Published: 7 March 2024



Copyright: © 2024 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

1. Introduction

Prosthetics and conservative dentistry are fields of dentistry that deal with the reconstruction of a patient's damaged teeth. Tooth reconstruction materials are often used as direct restorations, made by a dentist in a dental office, or indirect restorations, made in a dental laboratory [1]. Direct restorations are usually made of composite materials, glass ionomers, or their variants, such as ormocers or compomers [2], so they can be made in one visit. Performing indirect restorations such as onlays, overlays, inlays, endocrowns, or, in the case of prosthetics, crowns and bridges requires more work and time, but the durability is greater if such restorations are properly planned and made [3]. The materials used for such work in modern dentistry are usually various types of ceramics. The most widely used is zirconium dioxide, which not only allows for good aesthetic effects, but also has very high mechanical parameters [4,5]. Originally, due to the lack of variation in the

shades of zirconium oxide, it was used only as bases for permanent restorations, in which its contact with the oral environment was limited to the cervical area and the part adjacent to the tooth. Currently, when manufacturers are able to provide zirconium oxide in the form of milling blocks, which can not only be in the appropriate color, but also their shade which can change along the entire length of the restoration; zirconium oxide can be used as the only material constituting a prosthetic restoration, without the need for covering ceramics with glaze [6]. Recently, zirconium has also been used in implant prosthetics as a material for making implants, which resulted in its contact not only with the tooth surface, but also with the patient's bone tissues [7]. With the development and increasing use of zirconium oxide in dentistry, a problem emerged in the form of exposure of this material to conditions in the oral cavity, including the deposition of various types of microorganisms on its surface.

There are over 700 species of fungi and bacteria in the oral cavity [8]. Most of them are benign microorganisms that protect teeth and oral tissues while also helping in the digestion of meals. Surfaces in the oral cavity, such as cheeks, tongue, teeth, as well as dental restorations, are places where microflora elements accumulate, which, if not cleaned in an appropriate period of time, can lead to gum disease and tooth damage. Dental health is extremely threatened by carbohydrate-degrading bacteria, including *Streptococcus mutans* and *Streptococcus gordonii* [9]. For growth, they primarily use carbohydrates that remain in the mouth after eating if we do not clean it thoroughly. These bacteria turn carbohydrates into acids, which change the pH in the oral cavity, promoting the development of caries and enamel damage. In humans, fungi also occur in the oral cavity, constituting the physiological flora of the oral cavity and usually not causing symptoms even throughout life. However, some people may develop candidiasis if their immunity is weakened or if they are treated with antibiotics. The fungus most often causing oral mycosis is *Candida albicans*, but there are also infections caused by yeasts of the species *Candida krusei*, *Candida tropicalis*, and *Candida glabrata* [10].

With the development of new technologies, new concepts for the production of zirconium oxide were presented. Currently, the most popular technology is CAD/CAM (computer-aided design and computer-aided manufacturing), which involves milling of restoration from a block or disk, which is previously designed based on a scan of the oral cavity made in a dentist's office [11]. In recent years, scientists have also become interested in the additive manufacturing of zirconium oxide using 3D printing. This printing is performed using various technologies, and the most popular ones include LCM (Lithography-based Ceramic Manufacturing), SLA (Stereolithography), and DLP (Digital Light Processing) [12,13]. However, these technologies are not widely used in clinical practice, despite their many advantages, such as printing in various porosities and densities [14], as well as the possibility of producing geometrically complex structures [15].

Dental materials used in the production of prosthetic restorations are exposed to conditions in the oral cavity, including the influence of bacteria and fungi. Materials that have been known for years in dental work, such as zirconium oxide, composite resins [16], or lithium disilicate [17], meet these requirements, and studies dealing with them often mention the relationship that the adhesion of bacteria to the surface increases with an increase in their roughness. This is caused, among other things, by more difficulties in cleaning and an increase in the surface of contact with the external environment. In the case of zirconium oxide produced using additive technology, we can find publications dealing with its mechanical parameters, such as compressive strength or hardness [18,19]. In turn, when it comes to the usefulness and exposure of this material to the conditions in the oral cavity, there are publications on zirconium oxide produced using the milling technique [20], but this issue is not discussed in relation to the material produced using the additive technique.

The aim of the study is to analyze the influence of oral microflora on the formation of biofilm and the adhesion of bacteria and fungi to the surface of milled and 3D printed zirconium oxide. Due to the small amount of research on this topic, the authors want to

compare whether there are differences between the materials significant enough to ensure the superiority of one material over the other. At the beginning of the research, the null hypothesis was assumed that the given materials did not show any differences.

2. Materials and Methods

2.1. Zirconium Oxide Samples

Before microbiological tests, surface measurements were performed on zirconium oxide samples to examine the roughness of its surface [21]. To make them, 20 bars with dimensions of $30 \times 5 \times 4$ mm were used in two technologies, 10 for subtractive technology (SM group) and additive technology (AM group). Special software for creating dental designs was used to design them (Exocad Rijeka 3.1, Exocad GmbH, Darmstadt, Germany), and then STL files of samples for testing were exported. Mechanical tests were also performed, where, during bending strength testing, the bars cracked, which divided each of them into two parts, increasing the number of samples for a given technology by twofold ($n = 20$). The samples for microbiological tests (Figure 1) were not processed to see how their surface directly after the sintering process would behave in conditions similar to those in the oral cavity.

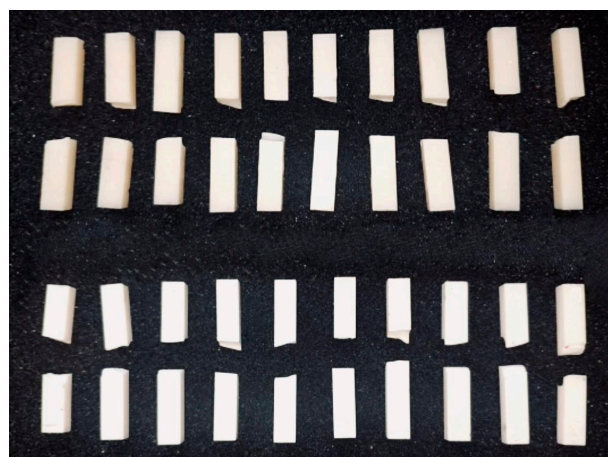


Figure 1. Samples prepared by milling—SM group (**top**)—and by 3D printing—AM group (**bottom**).

Monolithic disks of yttrium-stabilized zirconium oxide (IPS e.max ZirCAD LT, Ivoclar Digital, Schaan, Liechtenstein) in shade A2 ($n = 20$) were used to create the samples for the SM group. They were created using a 4-axis milling and grinding machine (Z4, VHF, Ammerbuch, Germany), with the device software (DentalCAM 7.08, VHF, Germany) being used to construct the sample shape originally. Following milling, the samples were sintered at a temperature of 1530 degrees Celsius in an oven (HT-S Speed, Mihm-Vogt, Stutensee, Germany), and then they were cooled gradually to room temperature in compliance with the manufacturer's instructions. The bars were developed with a magnification of 1.218 since the sintering process reduces the size of zirconium oxide.

A 3D printer (Ceramaker C900, 3D Ceram Sinto, Côte, France) was used to create samples for the AM group ($n = 20$). The polymerization process is carried out by this printer using a 355 nm UV laser positioned at the base of the printer platform, with a sintering point diameter of around 35 μm . Stereolithography technology, which is predicated on the suspension photopolymerization procedure, is used for printing. The components were printed using a material (3DMix ZR3-F01, 3D Ceram Sinto, Côte, France) made of photo-sensitive polymer—that is, organic materials burned during the debinding process—and ceramic powder, which was medical-grade zirconium oxide. The thickness of the printed material was 25 μm per layer. Following the sintering process, the printed samples were progressively heated in an oven (HTL 20/17, Thermconcept GmbH, Bremen, Germany) to

1450 degrees Celsius. They were then cooled to room temperature in compliance with the manufacturer's guidelines, leaving just the ceramic structure.

2.2. Bacterial and Fungal Strains

The methodology for examining the intensity of biofilm formation is presented in Figure 2.

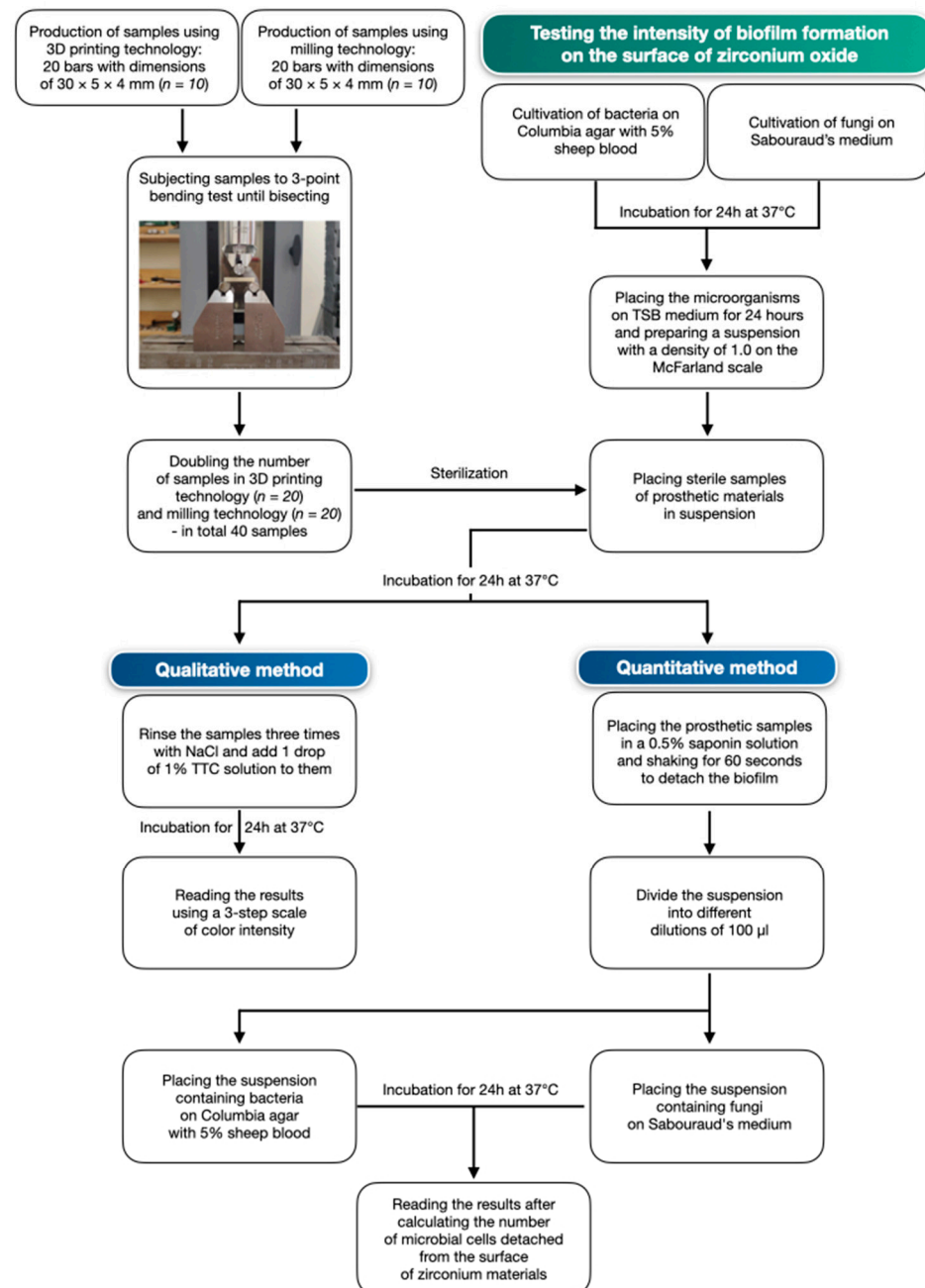


Figure 2. Research methodology.

Streptococcus mutans ATCC 35668, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, and *Candida albicans* ATCC 10231 (Argenta, Poznań, Poland) were the reference strains utilized in the study. Bacterial culture was conducted on Columbia agar medium with 5% sheep blood (bioMérieux, Craponne, France); yeast culture was conducted on Sabouraud medium (bioMérieux, Craponne, France). The incubation process lasted 24 h at 37 °C under aerobic conditions.

2.3. Study of Biofilm Formation on the Surface of Ceramic Materials

2.3.1. Qualitative Method

Using a modified Richards qualitative method [22], the production of bacterial and fungal biofilms on the surface of samples of zirconium oxide material was studied. Sterile samples of prosthetic materials were added to TSB (TrypticSoyBroth) medium (BD, Heidelberg, Germany) after a 24 h culture yielded a suspension with a density of 1.0 on the McFarland scale (Figure 3). The samples were incubated for 24 h at 37 °C. Following this time, they were rinsed three times with NaCl, and then 1 drop of 1% 2,3,5-triphenyltetrazolium chloride (TTC) solution was added. Once more, the samples were incubated at 37 °C for 24 h. Every test was run in triplicate. An intensity of color scale with three levels was used to interpret the data.

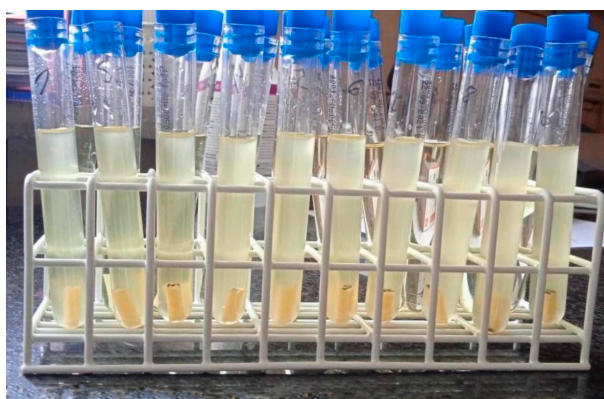


Figure 3. Analysis of biofilm formation using the *C. albicans* strain—qualitative method.

2.3.2. Quantitative Method

In accordance with Mączyńska et al. [23], the quantitative method (Figure 4) was utilized to investigate the development of bacterial and fungal biofilm on the surface of zirconium oxide material samples. Following the same procedure as in the qualitative approach, a suspension with a density of 1.0 on the McFarland scale was made. The examined materials were then added to the suspension and incubated for 24 h at 37 °C. Next, to separate the biofilm cells, the prosthesis samples were shaken for 60 s in a 0.5% saponin solution. In this manner, the suspension was prepared and then inoculated in 100 µL dilutions successively onto Columbia agar with 5% sheep blood (bioMérieux, Craponne, France) and Sabouraud's medium (bioMérieux, Craponne, France). The incubation was then repeated for a full day at 37 °C. The measurement was performed by counting the number of colonies on the substrates on which individual dilutions were sown.



Figure 4. Analysis of biofilm formation using the *C. albicans* strain—quantitative method.

2.4. Statistical Analysis

The mean and standard deviation for a particular set of ceramics were computed for the descriptive analysis of the data acquired using the quantitative approach. The data distribution's normality was evaluated using the Student's *t*-test ($p < 0.01$). Data were dispersed in a typical manner. The average results of both materials were compared using the ISO 2854 standard [24].

3. Results

The qualitative and the quantitative method were used to measure the formation of biofilm on the surface of milled and 3D printed zirconia samples. The study findings indicate that variations exist in the evaluation of biofilm between the qualitative and quantitative approaches; nonetheless, in both approaches, the total absence of biofilm is not detected.

3.1. Qualitative Method

According to the hue of the tested samples, the following classification of results was used in the Richards method:

- (-)—absence of cells (non-biofilm forming strain);
- (+)— 10^3 – 10^4 CFU/mL (strain with poor biofilm formation);
- (++)— 10^5 – 10^6 CFU/mL (strain with strong biofilm formation);
- (+++)— 10^7 – 10^8 CFU/mL (strain with very strong biofilm formation).

The results of the qualitative method are presented in Table 1.

Table 1. Biofilm formation on zirconium oxide surfaces—qualitative method.

Strains Used in Biofilm Analysis on 3D Printed Zirconium Oxide Samples				
<i>S. mutans</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>E. faecalis</i>	<i>S. aureus</i>	<i>C. albicans</i>
+	+	+	+	+++
Strains Used in Biofilm Analysis on Milled Zirconium Oxide Samples				
<i>S. mutans</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>E. faecalis</i>	<i>S. aureus</i>	<i>C. albicans</i>
+	+	+	+	++

The *C. albicans* strain was classified as very strongly biofilm-forming (+++) (Figure 1), but no significant differences were observed between 3D printed and milled zirconium oxide. The bacterial strains included in the investigation showed weaker biofilm formation, although there were no appreciable variations in biofilm formation on the surfaces of milled and 3D printed zirconium oxide.

3.2. Quantitative Method

The quantitative method's assessment of biofilm formation results matched the qualitative method's findings. There were minimal differences in the occurrence of biofilm on materials containing 3D printed (Table 2) and milled zirconium oxide (Table 3).

3.3. Statistical Analysis

The results of biofilm formation in the quantitative method for all strains in both materials show differences, but at the significance level of $p < 0.01$, they are not statistically significant. The mean CFU/mL (colony forming unit) and its standard deviation for individual microorganisms are shown in Figure 5.

Table 2. Analysis of the impact of 3D printed zirconium materials on *S. mutans*, *P. aeruginosa*, *E. faecalis*, *S. aureus*, and *C. albicans* strains—quantitative method.

Trial Number	<i>S. mutans</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>E. faecalis</i>	<i>S. aureus</i>	<i>C. albicans</i>
	CFU/mL				
1	1.8×10^5	2.1×10^5	2.5×10^5	1.6×10^5	6.1×10^8
2	1.3×10^5	1.5×10^4	2.5×10^5	2.5×10^5	6.8×10^8
3	2.1×10^5	2.1×10^5	2.3×10^4	1.9×10^5	5.5×10^7
4	2.6×10^4	2.6×10^4	1.8×10^4	2.3×10^5	6.5×10^8
5	2.5×10^4	2.9×10^5	2.4×10^5	1.8×10^5	6.2×10^7

Table 3. Analysis of the influence of milled zirconium materials on *S. mutans*, *P. aeruginosa*, *E. faecalis*, *S. aureus*, and *C. albicans* strains—quantitative method.

Trial Number	<i>S. mutans</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>E. faecalis</i>	<i>S. aureus</i>	<i>C. albicans</i>
	CFU/mL				
1	2.2×10^5	2.1×10^5	2.3×10^5	1.3×10^5	6.7×10^8
2	1.7×10^5	1.4×10^4	2.2×10^5	1.8×10^5	5.8×10^8
3	2.0×10^5	2.1×10^5	2.1×10^4	2.9×10^5	5.4×10^7
4	1.8×10^4	2.2×10^4	2.2×10^4	2.1×10^5	6.4×10^8
5	2.5×10^4	1.9×10^5	2.4×10^5	2.0×10^5	5.2×10^7

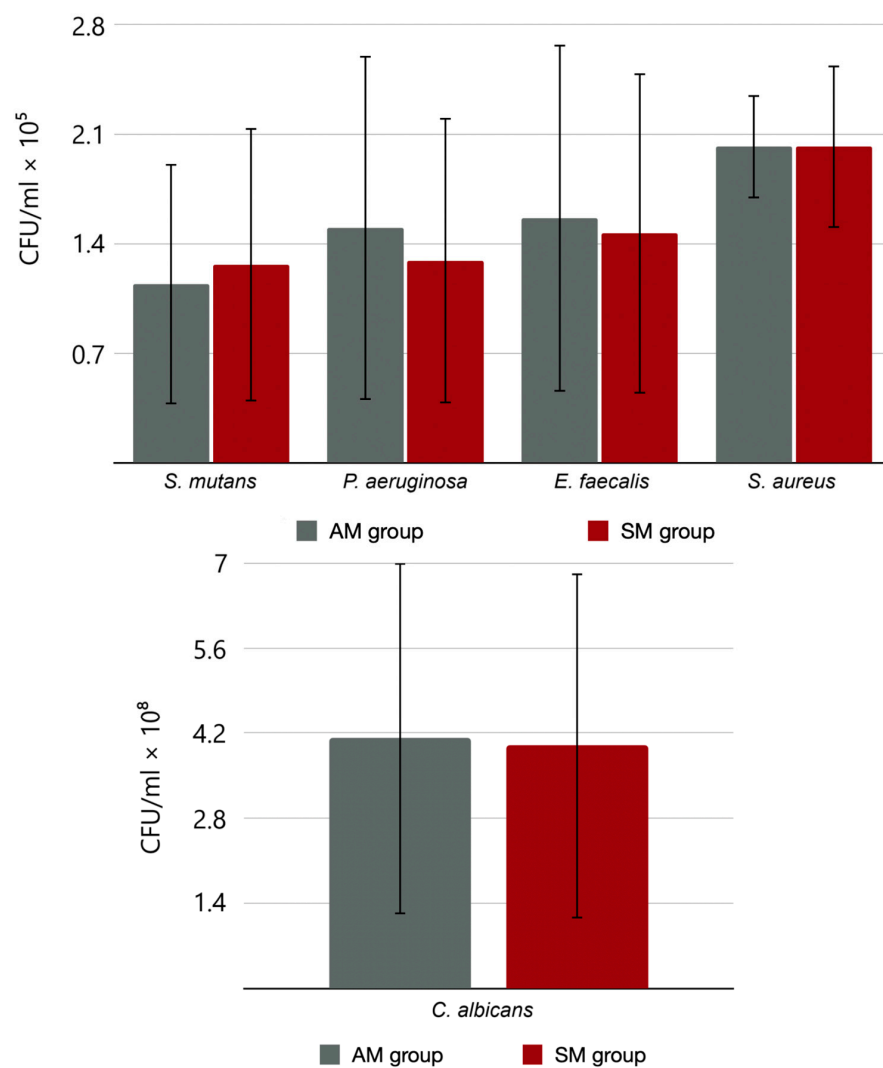


Figure 5. Results of means and standard deviations for bacterial and fungi strains obtained using the quantitative method.

4. Discussion

Currently, the material used in dentistry faces a number of challenges that it must meet. These include sufficient mechanical strength, high aesthetic requirements of the patient, as well as biocompatibility with oral tissues. Zirconium oxide, known for years as a material in dentistry, meets all these needs; therefore, its new substitute, zirconium oxide, made using 3D printing technology, must also meet these requirements. For this reason, the authors of the study conducted a qualitative and quantitative analysis of biofilm formation by the most common microorganisms found in the oral cavity.

It has long been known by microbiologists and dentists that *Candida albicans* can be found in the oral cavity [25]. It normally occurs in a healthy mouth and does not cause any adverse reactions. Unfortunately, when its balance is disturbed and the number or virulence of the fungus increases, it may lead to infection and then to the development of oral candidiasis [26]. In our own study, both tested materials were not subjected to any surface treatment to see how microorganisms behave on the surface immediately obtained after the production process. Statistical analysis ($p < 0.01$) confirmed the null hypothesis based on the results of quantitative tests that the difference in the intensity of biofilm production by *Candida albicans* is not statistically significant. Research by Cepic et al. [27] showed that a significant increase in the adhesion of *Candida albicans* fungi can be observed on glazed surfaces compared to those that have been previously polished. They also indicate that the factor that may increase this adhesion is probably mucin found in saliva. The same surface dependence occurs not only with fungi, but also with biofilms created by bacteria [28]. Therefore, it can be concluded that in order to reduce the formation of biofilm, the zirconium oxide surface should always be polished beforehand [29]. In turn, Khattar et al. [30] noticed that zirconium oxide as an addition to another material in low concentration (0.5%) not only does not increase the roughness of the material, but also significantly reduces the adhesion of fungi to the surface of the material compared to samples from other groups of the author's study, which additionally confirms the information about the biocompatibility of zirconium oxide.

Oral bacteria play a key role in maintaining oral health, but they can also contribute to a variety of health problems [31]. Some bacteria in the mouth can contribute to the formation of dental plaque, which in turn leads to unpleasant breath odor and increases the risk of tooth decay and gum disease. This may lead to inflammation, such as gingivitis, or a more advanced stage of the disease, i.e., periodontitis. Bacteria can also accumulate in the spaces between teeth and gums, causing periodontal infections, which can be painful and lead to tooth loss. Their presence on prosthetic restorations or their connection with tooth tissues may also lead to the development of various types of diseases, which is why it is so important to check how intensively biofilm is formed on the surface of the material from which dental work is made. For this reason, the authors also decided to check whether there are differences in the adhesion of individual bacteria between milled and 3D printed zirconium oxide. Our own research showed no differences between the intensity of biofilm formation by bacteria in the case of both materials. This is advantageous because the new material can compete in this respect with milled zirconium, which has been available on the market for years. As research shows when comparing the intensity of biofilm among titanium, PEEK (polyether ether ketone) and zirconium oxide, the latter among those tested obtained the lowest rate of adhesion of microorganisms to its surface [32]. This is also confirmed by research by other authors [33], taking into account the fact that in the case of structures such as dental implants, although the initially formed biofilm accumulates in smaller amounts on zirconium implants than, for example, their titanium counterparts, in the event of their aging, this difference is reduced. It is more difficult to eradicate bacteria from the prosthetic restoration when the surface area of each material in contact with the mouth cavity is increased. Studies on various materials used in the dental industry [16,17] have shown that with increasing roughness, the adhesion of bacteria occurring in the oral cavity also increases. It follows that the main role in limiting the formation of biofilm should be played by polishing the surface of the prosthetic restoration. For zirconium

oxide made using 3D printing technology, this can be created by extending the printing layer and reducing the porosity of the final product in order to achieve the highest quality restoration [34].

Other factors may also influence the adhesion of microorganisms to surfaces, one of which is the method of sterilization of the material surface. Dry sterilized samples show a significantly lower amount of biofilm on the zirconium oxide surface, while irradiation with UVC or gamma rays, among others, results in a greater multiplication of microorganisms. Some authors [35] associate this phenomenon with the increased hydrophilicity of the material, which may result in faster bacterial reproduction in a more humid environment.

All the above-described features prove the high biocompatibility of zirconium oxide, which, after additional treatments, can be further increased, and the colonization of its surface by oral microorganisms can be slowed down. Additionally, a new material in the form of printed zirconium oxide gives us the opportunity to create complex designs, such as implants or specialized denture connectors. We can also save some of the material that is unfortunately lost during standard milling production. In the future, after additional research and the spread of zirconium oxide in 3D printing technology, it may become a widely used material, not only due to the speed of the production process, but also to the creation of not only solid, but also partially porous elements [36].

Limitations of the Study

The aim of the study was to demonstrate differences between materials in terms of microbial adhesion. Three-dimensional printing is still a new technology in dentistry, especially zirconium oxide printing. This is a technology that is constantly developing, and new manufacturers are constantly appearing on the market, making elements using this technology, as well as using other materials from which prosthetic restorations can be made. One such material is lithium disilicate, which has recently become an increasingly used material in restorative dentistry, among others, by the company Lithoz (Wien, Austria) [37]. The authors plan further research comparing this type of material with zirconium oxide made using 3D printing technology.

Another challenge facing the introduction of a new material to the market is the need for it to obtain ISO 13485 approval [38], which would permit its application in the healthcare sector. There are over 700 other species of bacteria and fungi in the oral cavity; that is why it would be impossible to check all of them in the study. Therefore, only the most popular species were used; so, the authors cannot guarantee that with a different type of microorganism, there would not be greater differences between the results obtained from the comparison of both materials.

The study's authors intend to investigate the development of biofilm on the surface of other additively manufactured materials in the future, such as lithium disilicate or zirconium oxide produced by other manufacturers than the material utilized in this study. This is caused by the 3D ceramic printing industry's ongoing development, which raises hopes for advancing technology and, consequently, lowering the cost of producing these materials in the future.

5. Conclusions

The results of the intensity of biofilm formation on the surface of zirconium oxide made using additive and milling technology show minimal differences that are not statistically significant. This indicates the potential for a wider introduction of 3D printed zirconium oxide into clinical practice.

Author Contributions: Conceptualization, W.F., A.P. and M.K.; formal analysis, W.F., A.P. and M.K.; investigation, W.F., A.P. and E.S.; methodology, A.P. and E.S.; software, W.F. and P.S.; supervision, A.P. and E.S.; writing—original draft, W.F.; writing—review and editing, A.P., M.K. and E.S. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Funding: This research received no external funding.

Institutional Review Board Statement: Not applicable.

Informed Consent Statement: Not applicable.

Data Availability Statement: All the raw data are available from corresponding author on a reasonable request.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflicts of interest.

References

1. Hardan, L.; Mancino, D.; Bourgi, R.; Cuevas-Suárez, C.E.; Lukomska-Szymanska, M.; Zarow, M.; Jakubowicz, N.; Zamarripa-Calderón, J.E.; Kafa, L.; Etienne, O.; et al. Treatment of Tooth Wear Using Direct or Indirect Restorations: A Systematic Review of Clinical Studies. *Bioengineering* **2022**, *9*, 346. [CrossRef] [PubMed]
2. Zimmerli, B.; Strub, M.; Jeger, F.; Stadler, O.; Lussi, A. Composite materials: Composition, properties and clinical applications. A literature review. *Schweiz. Monatsschrift Zahnmed.* **2010**, *120*, 972–986.
3. Von Stein-Lausnitz, M.; Mehnert, A.; Bruhnke, M.; Sterzenbach, G.; Rosentritt, M.; Spies, B.C.; Bitter, K.; Naumann, M. Direct or Indirect Restoration of Endodontically Treated Maxillary Central Incisors with Class III Defects? Composite vs Veneer or Crown Restoration. *J. Adhes. Dent.* **2018**, *20*, 519–526. [CrossRef]
4. Hanawa, T. Zirconia versus titanium in dentistry: A review. *Dent. Mater. J.* **2020**, *39*, 24–36. [CrossRef] [PubMed]
5. Miyazaki, T.; Nakamura, T.; Matsumura, H.; Ban, S.; Kobayashi, T. Current status of zirconia restoration. *J. Prosthodont. Res.* **2013**, *57*, 236–261. [CrossRef] [PubMed]
6. Kaizer, M.R.; Kolakarnprasert, N.; Rodrigues, C.; Chai, H.; Zhang, Y. Probing the interfacial strength of novel multi-layer zirconias. *Dent. Mater.* **2019**, *36*, 60–67. [CrossRef]
7. Schünemann, F.H.; Galárraga-Vinueza, M.E.; Magini, R.; Fredel, M.; Silva, F.; Souza, J.C.; Zhang, Y.; Henriques, B. Zirconia surface modifications for implant dentistry. *Mater. Sci. Eng. C Mater. Biol. Appl.* **2019**, *98*, 1294–1305. [CrossRef] [PubMed]
8. Tuominen, H.; Rautava, J. Oral Microbiota and Cancer Development. *Pathobiology* **2020**, *88*, 116–126. [CrossRef]
9. Abranches, J.; Zeng, L.; Kajfasz, J.K.; Palmer, S.R.; Chakraborty, B.; Wen, Z.T.; Richards, V.P.; Brady, L.J.; Lemos, J.A. Biology of Oral Streptococci. *Microbiol. Spectr.* **2018**, *6*, 10–1128. [CrossRef]
10. Antinori, S.; Milazzo, L.; Sollima, S.; Galli, M.; Corbellino, M. Candidemia and invasive candidiasis in adults: A narrative review. *Eur. J. Intern. Med.* **2016**, *34*, 21–28. [CrossRef]
11. Davidowitz, G.; Kotick, P.G. The Use of CAD/CAM in Dentistry. *Dent. Clin. North Am.* **2011**, *55*, 559–570. [CrossRef]
12. Gatto, M.L.; Groppo, R.; Furlani, M.; Giuliani, A.; Mangano, C.; Mangano, F. Lithography-based Ceramic Manufacturing (LCM) versus Milled Zirconia Blocks under uniaxial compressive loading: An in vitro comparative study. *J. Dent.* **2021**, *116*, 103886. [CrossRef] [PubMed]
13. Son, M.; Raju, K.; Lee, J.; Jung, J.; Jeong, S.; Kim, J.-I.; Cho, J. 3D Printing of CNT- and YSZ-Added Dental Resin-Based Composites by Digital Light Processing and Their Mechanical Properties. *Materials* **2023**, *16*, 1873. [CrossRef] [PubMed]
14. Branco, A.; Silva, R.; Santos, T.; Jorge, H.; Rodrigues, A.; Fernandes, R.; Bandarra, S.; Barahona, I.; Matos, A.; Lorenz, K.; et al. Suitability of 3D printed pieces of nanocrystalline zirconia for dental applications. *Dent. Mater.* **2020**, *36*, 442–455. [CrossRef] [PubMed]
15. Revilla-León, M.; Methani, M.M.; Morton, D.; Zandinejad, A. Internal and marginal discrepancies associated with stereolithography (SLA) additively manufactured zirconia crowns. *J. Prosthet. Dent.* **2020**, *124*, 730–737. [CrossRef] [PubMed]
16. Mokhtar, M.; Farahat, D.; Eldars, W.; Osman, M. Physico-mechanical properties and bacterial adhesion of resin composite CAD/CAM blocks: An in-vitro study. *J. Clin. Exp. Dent.* **2022**, *14*, e413–e419. [CrossRef]
17. Vo, D.T.; Arola, D.; Romberg, E.; Driscoll, C.F.; Jabra-Rizk, M.A.; Masri, R. Adherence of *Streptococcus mutans* on lithium disilicate porcelain specimens. *J. Prosthet. Dent.* **2015**, *114*, 696–701. [CrossRef]
18. Kyung, K.-Y.; Park, J.-M.; Heo, S.-J.; Koak, J.-Y.; Kim, S.-K.; Ahn, J.-S.; Yi, Y. Comparative analysis of flexural strength of 3D printed and milled 4Y-TZP and 3Y-TZP zirconia. *J. Prosthet. Dent.* **2024**, *131*, 529.e1–529.e9. Available online: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022391323008399> (accessed on 30 January 2024). [CrossRef]
19. Revilla-León, M.; Husain, N.A.-H.; Ceballos, L.; Özcan, M. Flexural strength and Weibull characteristics of stereolithography additive manufactured versus milled zirconia. *J. Prosthet. Dent.* **2020**, *125*, 685–690. [CrossRef]
20. Poole, S.F.; Pitondo-Silva, A.; Oliveira-Silva, M.; Moris, I.C.; Gomes, E.A. Influence of different ceramic materials and surface treatments on the adhesion of *Prevotella intermedia*. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* **2020**, *111*, 104010. [CrossRef]
21. Frackiewicz, W.; Królikowski, M.; Kwiatkowski, K.; Sobolewska, E.; Szymlet, P.; Tomasiak, M. Comparison of Dental Zirconium Oxide Ceramics Produced Using Additive and Removal Technology for Prosthodontics and Restorative Dentistry—Strength and Surface Tests: An In Vitro Study. *Materials* **2023**, *17*, 168. [CrossRef] [PubMed]
22. Richards, S.R.; Turner, R.J. A comparative study of techniques for the examination of biofilms by scanning electron microscopy. *Water Res.* **1984**, *18*, 767–773. [CrossRef]
23. Mączyńska, B.; Neumann, K.; Junka, A.; Smutnicka, D.; Secewicz, A.; Bartoszewicz, M.; Wójkowska-Mach, J.; Sękowska, A.; Gospodarek, E.; Burdynowski, K. Analysis of properties related to selection and survival in hospital environment of *Klebsiella* strains isolated from nosocomial outbreaks. *Forum Zakażeń* **2013**, *4*, 77–97. [CrossRef]

24. ISO 2854; Statistical Interpretation of Data. Techniques of Estimation and Tests Relating to Means and Variances. ISO: Geneva, Switzerland, 1976.
25. Zijngje, V.; van Leeuwen, M.B.M.; Degener, J.E.; Abbas, F.; Thurnheer, T.; Gmür, R.; Harmsen, H.J.M. Oral Biofilm Architecture on Natural Teeth. *PLoS ONE* **2010**, *5*, e9321. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
26. Patel, M. Oral Cavity and *Candida albicans*: Colonisation to the Development of Infection. *Pathogens* **2022**, *11*, 335. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
27. Cepic, L.Z.; Dvorak, G.; Piehslinger, E.; Georgopoulos, A. In vitro adherence of *Candida albicans* to zirconia surfaces. *Oral Dis.* **2020**, *26*, 1072–1080. [[CrossRef](#)]
28. Scotti, R.; Kantorski, K.Z.; Scotti, N.; Monaco, C.; Valandro, L.F.; Bottino, M.A. Early biofilm colonization on polished- and glazed-zirconium ceramic surface. Preliminary results. *Minerva Stomatol.* **2006**, *55*, 493–502.
29. Jaeggi, M.; Gyr, S.; Astasov-Frauenhoffer, M.; Zitzmann, N.U.; Fischer, J.; Rohr, N. Influence of different zirconia surface treatments on biofilm formation in vitro and in situ. *Clin. Oral Implant. Res.* **2022**, *33*, 424–432. [[CrossRef](#)]
30. Khattar, A.; Alghafli, J.A.; Muheef, M.A.; Alsalem, A.M.; Al-Dubays, M.A.; AlHussain, H.M.; AlShoalah, H.M.; Khan, S.Q.; AlEraky, D.M.; Gad, M.M. Antibiofilm Activity of 3D-Printed Nanocomposite Resin: Impact of ZrO₂ Nanoparticles. *Nanomaterials* **2023**, *13*, 591. [[CrossRef](#)]
31. Arweiler, N.B.; Netuschil, L. The Oral Microbiota. *Adv. Exp. Med. Biol.* **2016**, *902*, 45–60.
32. Wiessner, A.; Wassmann, T.; Wiessner, J.M.; Schubert, A.; Wiechens, B.; Hampe, T.; Bürgers, R. In Vivo Biofilm Formation on Novel PEEK, Titanium, and Zirconia Implant Abutment Materials. *Int. J. Mol. Sci.* **2023**, *24*, 1779. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
33. Chiou, L.-L.; Panariello, B.H.D.; Hamada, Y.; Gregory, R.L.; Blanchard, S.; Duarte, S. Comparison of In Vitro Biofilm Formation on Titanium and Zirconia Implants. *BioMed Res. Int.* **2023**, *2023*, 8728499. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
34. Zandinejad, A.; Das, O.; Barmak, A.B.; Kuttolamadom, M.; Revilla-León, M. The Flexural Strength and Flexural Modulus of Stereolithography Additively Manufactured Zirconia with Different Porosities. *J. Prosthodont.* **2021**, *31*, 434–440. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
35. Han, A.; Tsoi, J.K.; Matinlinna, J.P.; Zhang, Y.; Chen, Z. Effects of different sterilization methods on surface characteristics and biofilm formation on zirconia in vitro. *Dent. Mater.* **2017**, *34*, 272–281. [[CrossRef](#)]
36. Buj-Corral, I.; Vidal, D.; Tejo-Otero, A.; Padilla, J.A.; Xuriguera, E.; Fenollosa-Artés, F. Characterization of 3D Printed Yttria-Stabilized Zirconia Parts for Use in Prostheses. *Nanomaterials* **2021**, *11*, 2942. [[CrossRef](#)]
37. Unkovskiy, A.; Beuer, F.; Metin, D.S.; Bomze, D.; Hey, J.; Schmidt, F. Additive Manufacturing of Lithium Disilicate with the LCM Process for Classic and Non-Prep Veneers: Preliminary Technical and Clinical Case Experience. *Materials* **2022**, *15*, 6034. [[CrossRef](#)]
38. ISO 13485; Medical Devices. Quality Management Systems. Requirements for Regulatory Purposes. ISO: Geneva, Switzerland, 2016.

Disclaimer/Publisher’s Note: The statements, opinions and data contained in all publications are solely those of the individual author(s) and contributor(s) and not of MDPI and/or the editor(s). MDPI and/or the editor(s) disclaim responsibility for any injury to people or property resulting from any ideas, methods, instructions or products referred to in the content.

Oświadczenie współautorów o wkładzie pracy - publikacja nr 1

Niniejszym podaję procentowy wkład autorski w publikację pt.

Frąckiewicz W, Szymlet P, Jedliński M, Światłowska-Bajzert M, Sobolewska E. Mechanical characteristics of zirconia produced additively by 3D printing in dentistry - A systematic review with meta-analysis of novel reports. Dent Mater. 2024 Jan;40(1):124–38.

Oświadczenie o wkładzie pracy w wyżej wymienioną publikację (publikacja nr 1) i wyrażenie zgody na wykorzystanie pracy w rozprawie doktorskiej.

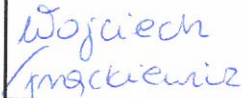

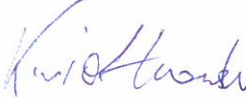

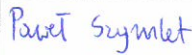
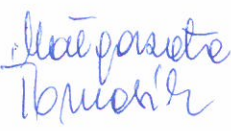
Lp.	Autor	Zakres wkładu w pracę	Procentowy wkład autorski	Podpis
1	Wojciech Frąckiewicz (doktorant)	koncepcja pracy, metodologia, analiza formalna, przeprowadzenie badań, przetwarzanie danych, przygotowanie pierwotnego manuskryptu, przygotowanie publikacji	50	Wojciech Frąckiewicz
2	Paweł Szymlet	analiza formalna, przetwarzanie danych	5	Paweł Szymlet
3	Maciej Jedliński	koncepcja pracy, metodologia, analiza formalna, recenzja i redakcja	20	Maciej Jedliński
4	Małgorzata Światłowska-Bajzert	przygotowanie pierwotnego manuskryptu, recenzja i redakcja, nadzór nad projektem	5	Małgorzata Światłowska-Bajzert
5	Ewa Sobolewska	zarządzanie danymi, wizualizacja, recenzja i redakcja, nadzór nad projektem, koordynacja procesu wydawniczego	20	Ewa Sobolewska

Oświadczenie współautorów o wkładzie pracy - publikacja nr 2

Niniejszym podaję procentowy wkład autorski w publikację pt.

Frąckiewicz W, Królikowski M, Kwiatkowski K, Sobolewska E, Szymlet P, Tomasik M. Comparison of Dental Zirconium Oxide Ceramics Produced Using Additive and Removal Technology for Prosthodontics and Restorative Dentistry-Strength and Surface Tests: An In Vitro Study. Materials (Basel). 2023 Dec 28;17(1):168.

Oświadczenie o wkładzie pracy w wyżej wymienioną publikację (publikacja nr 2) i wyrażenie zgody na wykorzystanie pracy w rozprawie doktorskiej.

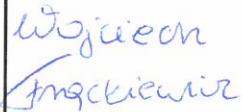


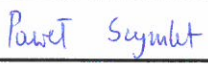
Lp.	Autor	Zakres wkładu w pracę	Procentowy wkład autorski	Podpis
1	Wojciech Frąckiewicz (doktorant)	koncepcja pracy, przeprowadzenie badań, metodologia, przygotowanie pierwotnego manuskryptu, przygotowanie publikacji	45	
2	Marcin Królikowski	koncepcja pracy, analiza formalna, przeprowadzenie badań, metodologia, oprogramowanie, nadzór nad projektem	15	
3	Konrad Kwiatkowski	analiza formalna, przeprowadzenie badań, oprogramowanie	10	
4	Ewa Sobolewska	metodologia, nadzór nad projektem, korekta i edycja pierwotnego manuskryptu, koordynacja procesu wydawniczego	18	
5	Paweł Szymlet	metodologia	2	
6	Małgorzata Tomasiak	analiza formalna, oprogramowanie, nadzór nad projektem, korekta i edycja pierwotnego manuskryptu	10	

Oświadczenie współautorów o wkładzie pracy - publikacja nr 3

Niniejszym podaję procentowy wkład autorski w publikację pt.

Frąckiewicz W, Pruss A, Królikowski M, Szymlet P, Sobolewska E. Comparison of the Intensity of Biofilm Production by Oral Microflora and Its Adhesion on the Surface of Zirconia Produced in Additive and Subtractive Technology: An In Vitro Study. *Materials (Basel)*. 2024; 17(6):1231.

Oświadczenie o wkładzie pracy w wyżej wymienioną publikację (publikacja nr 3) i wyrażenie zgody na wykorzystanie pracy w rozprawie doktorskiej.

Lp.	Autor	Zakres wkładu w pracę	Procentowy wkład autorski	Podpis
1	Wojciech Frąckiewicz (doktorant)	koncepcja pracy, analiza formalna, przeprowadzenie badań, oprogramowanie, przygotowanie pierwotnego manuskryptu, przygotowanie publikacji	50	
2	Agata Pruss	koncepcja pracy, analiza formalna, przeprowadzenie badań, metodologia, nadzór nad projektem, korekta i edycja pierwotnego manuskryptu	20	
3	Marcin Królikowski	koncepcja pracy, analiza formalna, korekta i edycja pierwotnego manuskryptu	8	
4	Paweł Szymlet	oprogramowanie	2	
5	Ewa Sobolewska	przeprowadzenie badań, metodologia, nadzór nad projektem, korekta i edycja pierwotnego manuskryptu, koordynacja procesu wydawniczego	20	