

着色氧化锆基底材料与其饰面瓷的结合性能

蒋序

Bond strength of colored zirconia core materials with veneering ceramics

Jiang Xu

文章亮点：

着色颗粒的添加对氧化锆与饰面瓷的结合强度并无影响。着色氧化锆复合体均未发生基底材料破坏，破坏模式为结合界面附着破坏和饰面瓷内聚破坏，以饰面瓷内聚破坏为主。

Abstract

BACKGROUND: Bond failure between the core and veneering ceramics is the most common cause of failure in all-ceramic restorations. Several studies have shown that the accession of colored granules can decrease the bond strength of zirconia cores materials with veneering ceramics, thereby influencing the success ratio of zirconia restorations.

OBJECTIVE: To test shear bond strength of four kinds of colored zirconia core materials and veneering ceramics, as well as to investigate the effect of colored granules on the bond strength of zirconia cores materials with veneering ceramics compared with white zirconia cores materials.

METHODS: White and colored Lava Frame, IPS E.max Zircad, Vita In-Ceram Zirconia, Cercon Smart zirconia blanks and their corresponding veneering ceramics were produced into disks with a diameter of 7 mm and a thickness of 3 mm following each manufacturers' recommendations, such as spray sand and ultrasonic cleaning. At the center of core materials, the veneering ceramics each manufacturer recommended were veneered with handmade porcelain method. After that, the volume of veneering ceramics (with diameter of 5 mm, and thickness of 3 mm) was controlled by homemade stencils and sintered.

RESULTS AND CONCLUSION: The shear bond strength between four kinds of colored zirconia based combinations and white zirconia based combinations had no significant difference ($P > 0.05$). These showed that the accession of colored granules had no influence on the bond strength between zirconia and veneering ceramics. The proportions of failures at the zirconia-ceramic combinations interface and shear bond strength values from high to low were Lava, IPS E.max, Vita In-Ceram Zirconia and Cercon, respectively. Focal laser scanning microscope showed that the failure mode of combinations at fractured surface was cohesive failure within the veneering ceramics and interface adhesion failure. Besides, the major failure was cohesive failure within the veneering ceramics rather than core failure.

Jiang X. Bond strength of colored zirconia core materials with veneering ceramics. Zhongguo Zuzhi Gongcheng Yanjiu. 2012;16(29): 5371-5374. [http://www.crtter.cn http://en.zglckf.com]

摘要

背景：基底冠和饰面瓷的结合破坏是全瓷修复体失败的最常见原因。有研究表明着色颗粒的添加会降低氧化锆基底材料与饰面瓷的结合强度，从而影响氧化锆修复体的成功率。

目的：测试4种着色氧化锆基底材料与其相应饰面瓷的抗剪切强度，并与未着色的氧化锆基底材料相对比，探讨着色颗粒的添加对氧化锆基底材料与饰面瓷结合强度的影响。

方法：将白色和着色的Lava Frame、IPS E.max Zircad、Vita In-Ceram Zirconia、Cercon Smart瓷块及相应的饰面瓷切削出直径7mm，厚度3mm的盘状试件($n=5$)，按照各厂商要求进行喷砂、超声清洗备用。在基底材料的中央，以手工堆瓷法分别饰以各自厂家推荐的饰面瓷，用自制的模具控制饰瓷的体积(直径5mm，厚度3mm)，并在基底上烧结。

结果与结论：4种着色氧化锆基底试件的抗剪切强度与未着色氧化锆基底试件差异无显著性意义($P > 0.05$)，提示着色颗粒的添加对氧化锆与饰面瓷结合强度无影响。氧化锆复合体发生结合界面破坏的比例以及抗剪切强度值由高至低是Lava、IPS E.max、Vita In-Ceram Zirconia、Cercon。激光共聚焦扫描显微镜观察试件断裂面的破坏模式为饰面瓷内聚破坏和结合界面附着破坏，主要破坏模式为饰面瓷内聚破坏，均未发生基底破坏。

关键词：氧化锆；着色；基底；饰面瓷；抗剪切强度；生物材料

蒋序. 着色氧化锆基底材料与其饰面瓷的结合性能[J]. 中国组织工程研究, 2012, 16(29):5371-5374.
[http://www.crtter.org http://en.zglckf.com]

Jinan Stomatology Hospital, Jinan 250001, Shandong Province, China

Jiang Xu, Attending physician, Jinan Stomatology Hospital, Jinan 250001, Shandong Province, China
342454619@qq.com

doi:10.3969/j.issn.2095-4344.2012.29.011

Received: 2012-02-28
Accepted: 2012-05-02

济南市口腔医院，
山东省济南市
250001

蒋序，女，1963年生，山东省济南人，回族，2007年山东大学毕业，主治医师，主要从事口腔修复材料的研究。
342454619@qq.com

中图分类号:R318
文献标识码:B
文章编号:2095-4344(2012)29-05371-04

收稿日期:2012-02-28
修回日期:2012-05-02
(20110928012/M·T)

0 引言

全瓷修复体具有良好的美学效果和生物学相容性，其逐渐替代金属烤瓷修复体在临床中的应用^[1]。临幊上常用的全瓷基底材料有热铸压玻璃陶瓷、氧化锆陶瓷、氧化铝陶瓷等。钇稳定四方多晶氧化锆陶瓷(Y-TZP)的相变增韧作用使得其强度较其他全瓷基底材料更为突出，目前在临幊上应用最为广泛。但白色的氧化锆基底材料不能满足临幊上对颜色配色的要求，因此各厂家也推出了着色的氧化锆瓷块。有研究表明着色颗粒的添加会降低氧化锆基底材料与饰面瓷的结合强度，从而影响氧化锆修复体的成功率^[2]。本实验拟测试4种着色氧化锆基底材料与其相应饰面瓷结合的抗剪切强度，并与未着色氧化锆基底材料相对比，探讨着色颗粒的添加对氧化锆基底材料与饰面瓷结合强度的影响。

1 材料和方法

设计：观察学实验。

时间及地点：于2010-11/2011-06在山东医科大学口腔医学院实验室完成。

材料：

实验材料与设备	来源
Lava Frame 瓷块和 Lava Ceram 饰瓷、Lava CNC 500 切削机和 Lava Furnace 200 全瓷烧结炉	3M, 美国
IPS E.max Zircad 瓷块和 IPS E.max Ceram 饰瓷、Programat S1 烧结炉	Ivoclar Vivadent, 列支敦士登
Vita In-Ceram Zirconia 瓷块和 Vita VM9 饰瓷	Vita, 德国
Cercon Smart 瓷块和 Cercon Ceram Kiss 饰瓷、Cercon brain unit 切削机和 Cercon heat plus 全瓷烧结炉	DeguDent, 德国
Sirona InLab MCXL 切削机、Vita Zyrcomat 全瓷烧结炉和 Cerec InLab CAD/CAM 系统	Sirona, 德国
AG-IC 万用力学测试机、LSM-710 激光共聚焦扫描显微镜 外径千分尺，精度 0.01 mm	Carl Zeiss, 德国 无锡量具刀具厂

实验方法：

抗剪切强度测试试件的制备：每种品牌取着色和未着色的成品氧化锆瓷块各5个，用切割机切削出直径7 mm，厚度3 mm的盘状试件($n=5$)，误差控制在

$\pm 0.02 \text{ mm}$ ，按照各厂商要求进行喷砂、超声清洗备用。基底材料表面烧结各自厂家推荐的liner层。在基底材料的中央，以手工堆瓷法分别饰以各自厂家推荐的饰面瓷，用自制的模具控制饰瓷的体积(直径5 mm，厚度3 mm)，并在基底上烧结，以砂纸和外径千分尺控制试件的尺寸，误差控制在 $\pm 0.02 \text{ mm}$ 。

抗剪切强度测试：将试件置于特制的夹具内，放入万用力学测试机的底座中。加载头以 0.75 mm/min 的速度沿基底-饰面瓷界面加载，剪切力的加载方向与底层材料长轴平行，直至试件发生破坏，见图1。软件自动记录最大剪切力，除以烧结的饰面瓷的面积计算得出抗剪强度，即 $P=F/S(\text{MPa})$ 。

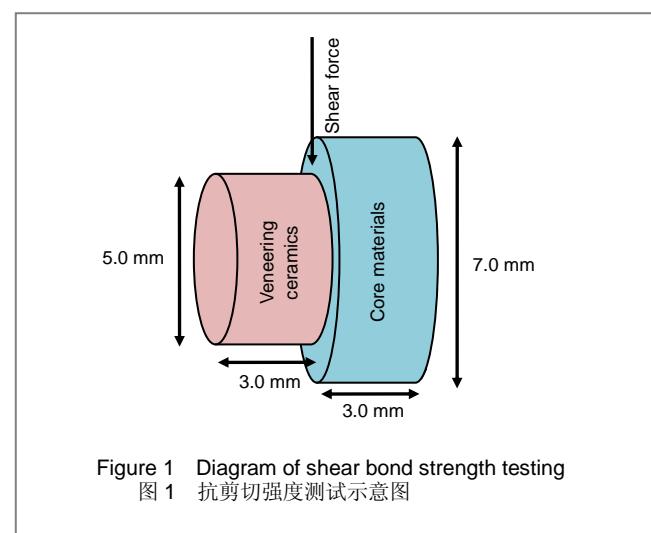


Figure 1 Diagram of shear bond strength testing
图1 抗剪切强度测试示意图

破坏模式观察：激光共聚焦扫描显微镜观察破坏的试件断裂面，以图形软件(AnalySIS 3.0)追踪破坏边缘，分别计算出几种破坏模式的面积并除以总的粘接面积，得出每种破坏模式所占的比例。

统计学分析：应用SPSS 13.0软件对抗剪切强度测试结果进行单因素方差分析和Newman-Keuls检验， $\alpha=0.05$ 。

2 结果

2.1 抗剪切强度测试结果 表1所示4种着色氧化锆与未着色氧化锆的抗剪切强度均值差异无显著性意义($P > 0.05$)，并且表2显示4种着色与未着色氧化锆复合体的抗剪切强度的组内差异较小，所以表3中将相同品牌、不同颜色的氧化锆的抗剪切强度值合并。由表3可知4种氧化锆复合体的抗剪切强度值由高到低依次是Lava、IPS E.max、Vita In-Ceram Zirconia和Cercon。

2.2 试件破坏模式观察结果 试件的破坏模式及所占

的百分比见表4。4种氧化锆复合体的破坏模式为饰面瓷内聚破坏和结合界面附着破坏, 主要破坏模式为饰面瓷内聚破坏, 均未发生基底破坏。氧化锆复合体发生结合界面破坏的比例由高至低是Lava、IPS E.max、Vita In-Ceram Zirconia、Cercon。

表1 四种着色氧化锆复合体与未着色氧化锆复合体抗剪切强度值比较

Table 1 Comparison of shear bond strength values between four kinds of colored zirconia-ceramic combinations and white zirconia-ceramic combinations
($\bar{x} \pm s$, $n=5$, MPa)

Zirconia-ceramic combinations	Core materials	Veneering ceramics	Shear bond strength		P value
			Colored	White	
Lava	Lava Frame	Lava Ceram	28.65±1.98	29.01±2.34	0.754
E.max	IPS E.max Zircad	IPS E.max Ceram	19.37±3.86	21.25±2.08	0.258
Vita	Vita In-Ceram Zirconia	Vita VM9	19.23±3.22	21.56±2.69	0.736
Cercon	Cercon Smart	Cercon Ceram Kiss	23.43±3.01	23.88±3.29	0.867

表2 四种氧化锆复合体抗剪切强度的单因素方差分析

Table 2 Analysis of single factors of shear bond strength in four kinds of zirconia-ceramic combinations

Source of variation	Sum of squares of mean deviation	Free degree	F value	P value
Intergroup	511.889	3	22.460	0.000
Intragroup	273.4533	36		
Total	785.342	39		

表3 四种氧化锆复合体抗剪切强度值的 Newman-Keuls 检验

Table 3 Newman-Keuls test of shear bond strength of four kinds of zirconia-ceramic combinations

Zirconia-ceramic combinations	Shear bond strength ($\bar{x} \pm s$, MPa)	Newman-Keuls test
Lava	28.94±2.12	a
E.max	23.59±3.14	b,c
Vita	20.67±3.01	d,e
Cercon	19.78±2.64	c,f

The different letters showed significant difference between the two groups

表4 四种氧化锆复合体的破坏模式所占百分比

Table 4 Percentage of failure mode in four kinds of zirconia-ceramic combinations (%)

Zirconia-ceramic combinations	Core failure	Interface adhesion failure	Veneering ceramics failure
Lava	0	24.5	76.5
IPS E.max	0	36.6	64.4
Vita	0	39.8	60.2
Cercon	0	46.7	54.3

3 讨论

临幊上常用的全瓷修复材料包括热铸压玻璃陶瓷、氧化锆陶瓷、氧化铝陶瓷等。氧化锆陶瓷具有美观、良好的生物安全性、较低的热传导率, 而且氧化锆晶粒相变后的体积膨胀及其产生的应力可以对抗微裂纹尖端的应力, 产生增韧作用, 目前被广泛应用于制作全瓷单冠和桥修复体的基底冠。饰面瓷的碎裂和剥脱是全瓷修复体最常见的失败原因, 全瓷基底材料与饰面瓷的层间结合是影响全瓷修复体临幊应用成败的重要因素^[3], 氧化锆基底与饰面瓷结合性能的研究已成为国内外研究的热点, 但是目前尚没有测试全瓷复合体基底与饰面瓷结合强度的标准方法^[4]。测试全瓷复合体基底与饰面瓷结合强度的方法包括双轴弯曲测试、微拉伸强度测试和抗剪切强度测试等。抗剪切强度测试操作简便、快捷, 测试结果可靠, 应用最为广泛^[5]。Ozkurt^[6]证实抗剪切强度测试可变因素少, 能够准确的反应基底与饰面瓷之间的结合强度而非饰面瓷的机械强度, 是一种较为可靠的测试方法。因此本实验选择抗剪切强度测试评估氧化锆基底材料与饰面瓷的结合强度。

着色颗粒的添加能够使氧化锆的化学结构发生改变, 从而导致机械性能的下降。Ardin^[7]的研究显示未着色氧化锆的抗弯强度和抗低温时效性均优于着色氧化锆。表1显示4种着色氧化锆复合体的抗剪切强度与未着色氧化锆复合体无差别, 提示着色颗粒的添加对氧化锆与饰面瓷的结合强度并无影响, 结合强度测试两种材料之间的结合性能而非材料自身的机械性能。然而Aboushelib^[2]测试了着色和未着色Lava、Cercon复合体的微拉伸强度值, 证实着色氧化锆复合体基底和饰面瓷的结合强度低于未着色的氧化锆复合体, 该研究与本文结果的差别可能是源自试件形状的不同, 也可能是源自测试方法的差别。Dündar^[4]的研究显示对于相同的氧化锆基底和饰面瓷, 其抗剪切强度值与微拉伸强度值有显著性差异。Hara^[8]证实剪切力的加载速度会对抗剪切强度测试的实验结果产生影响, 并指出剪切力的加载速度宜设定为0.75 mm/min或0.5 mm/min, 本实验设定加载速度为0.75 mm/min。

表2显示4种氧化锆复合体的抗剪切强度的差异有显著性意义($P < 0.05$)。由表3可知4种氧化锆复合体抗剪切强度值最高的是Lava, 其次是Vita, 再次是Cercon and E.max, 其中Cercon and E.max的抗剪切强度没有差异。断裂面的破坏模式与抗剪切强度密切相关, 研究

双层结构复合体的抗剪切强度应考虑到断裂面的破坏模式。双层结构复合体的破坏模式包括基底材料内聚破坏、结合界面附着破坏和饰面瓷内聚破坏。当基底材料与饰面瓷的结合强度较低时，饰面瓷从基底材料表面沿着应力的方向发生位移，发生整层剥脱；当结合强度较高时，界面对应力产生抵抗，饰面瓷或基底材料与应力方向发生偏移，表现为饰面瓷或基底材料的内聚破坏。表4显示4种氧化锆复合体均未发生基底破坏，说明氧化锆基底其具有较强的抗开裂能力。伊元夫等^[9]的研究显示Y-TZP的三点弯曲强度为1 203~1 301 MPa。Lava氧化锆复合体发生结合界面破坏的比例最低(24.5%)，其次是E.max(36.6%)和Vita(39.8%)，再次是Cercon(46.7%)，表3结果显示4种氧化锆复合体的抗剪切强度值由高到低依次是Lava、IPS E.max、Vita In-Ceram Zirconia和Cercon，可知发生结合界面破坏的比例越低，抗剪切强度值越高，这与Al-Dohan等^[10]的研究相一致。当基底材料与饰面瓷产生化学结合，元素相互渗透，发生结合界面破坏的比例会降低。由表4可知，4种氧化锆基底材料与相应的饰面瓷的主要破坏模式均为饰面瓷内聚破坏，这与其他研究的结果相类似^[11]。由表3可知4种氧化锆复合体的抗剪切强度为(19.78±2.64)~(28.94±2.12) MPa，这与其他研究的结果在数值上有差别^[6, 10-11]，因为抗剪切强测试尚未被规范，试件的尺寸和形状、加载速度等均会影响抗剪切强度值。

氧化锆基底材料具有较高的机械强度，然而氧化锆基底与饰面瓷的结合力较低，这直接影响了氧化锆修复体的临床成功率，其临床崩瓷率明显高于金属烤瓷修复体。如何增加氧化锆基底材料与饰面瓷的化学结合能力、热膨胀系数的匹配度是未来需要解决的问题。增加氧化锆修复体的透明度和颜色的多样性，使不添加饰面瓷的氧化锆修复体的美学效果能够到达临床的需求也是可能的解决方法。

结论：着色氧化锆复合体的抗剪切强度与未着色氧化锆复合体无差别，提示着色颗粒的添加对氧化锆与饰面瓷的结合强度并无影响。4种氧化锆基底材料与饰面瓷的结合强度由高至低依次是Lava, Vita, IPS E.max, Cercon。4种氧化锆复合体均未发生基底材料破坏，破坏模式为结合界面附着破坏和饰面瓷内聚破坏，以饰面瓷内聚破坏为主。

4 参考文献

- [1] Sun T,Shao LQ,Yi YF,et al.Nanfang Yike Daxue Xuebao. 2011; 31(2):259-261.
孙挺,邵龙泉,伊元夫,等.IPS E.max A色系牙本质瓷无限光学厚度的研究[J].南方医科大学学报,2011,31(2):259-261.
- [2] Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. J Prosthodont. 2008;17(5):401-408.
- [3] Scott A, Egner W, Gawkrodger DJ,et al. The national survey of adverse reactions to dental materials in the UK: a preliminary study by the UK Adverse Reactions Reporting Project. Br Dent J. 2004;196(8):471-477.
- [4] Dündar M, Ozcan M, Gökcé B,et al. Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered all-ceramics. Dent Mater. 2007;23(5):630-636.
- [5] Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. Dent Mater. 2003;19(8):725-731.
- [6] Ozkurt Z, Kazazoglu E, Unal A. In vitro evaluation of shear bond strength of veneering ceramics to zirconia. Dent Mater J. 2010;29(2):138-146.
- [7] Ardlin BI, Lindholm-Sethson B, Dahl JE. Corrosion of dental nickel-aluminum bronze with a minor gold content-mechanism and biological impact. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2009;88(2):465-473.
- [8] Hara AT, Pimenta LA, Rodrigues AL Jr. Influence of cross-head speed on resin-dentin shear bond strength. Dent Mater. 2001;17(2):165-169.
- [9] Yi YF,Liu HC,Lin YZ,et al.Kouqiang Yixue Yanjiu. 2008;24(1):49-52.
伊元夫,刘洪臣,林勇钊,等.牙科着色氧化锆陶瓷饰瓷前后的力学性能及断裂模式分析[J].口腔医学研究,2008,24(1):49-52.
- [10] Al-Dohan HM, Yaman P, Dennison JB,et al. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. J Prosthet Dent. 2004;91(4):349-355.
- [11] Guess PC, Kulis A, Witkowski S,et al. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. Dent Mater. 2008;24(11):1556-1567.

来自本文课题的更多信息--

作者贡献：通讯作者负责实验设计、实施、质量监控和论文写作、修改。

利益冲突：课题未涉及任何厂家及相关雇主或其他经济组织直接或间接的经济或利益的赞助。

伦理要求：没有与相关伦理道德冲突的内容。

文章要点：选择临床常用的4种氧化锆基底材料及相应的饰面瓷，对比测试了着色氧化锆复合体与未着色氧化锆复合体的抗剪切强度，获得可靠的临床参考数据。