

[DOI]10.12016/j.issn.2096-1456.2019.08.004

· 基础研究 ·

热酸蚀对氧化锆基底与饰瓷剪切强度的影响

关达荣, 邹康元, 陈觉清, 邓向东, 符镇南

禅城区人民医院口腔修复科, 广东 佛山(528000)

【摘要】 目的 对比分析热酸蚀对氧化锆基底与饰瓷剪切强度的影响。方法 以氧化锆陶瓷为基底材料, 共制备20个试件, 随机分为观察组和对照组, 各包括10个试件。对照组接受表面喷砂处理, 观察组接受表面喷砂+热酸蚀处理。采用扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)和X射线衍射分析(phase analysis of x-ray diffraction, XRD)观察各组表面特征; 采用材料试验机测试剪切强度; 采用SEM进一步观察各组破坏面特征。**结果** SEM观察, 两组均可见“山峰状”结构, 其间观察组为较深裂隙, 对照组为细小裂隙。XRD观察到两组衍射峰相似, 均以T(101)峰为主峰, 且均出现M(111)峰, 两组均出现单斜向氧化锆晶体, 单斜向氧化锆相对含量观察组为15.16%, 对照组为16.22%。观察组剪切强度(24.74 ± 3.02)MPa, 高于对照组(21.09 ± 2.58)MPa, 差异有统计学意义($t = 2.599, P = 0.021$)。对照组破坏面低倍下可见氧化锆表面饰瓷残留较少, 氧化锆基底裸露明显, 高倍下可见氧化锆表面呈均匀斜嵴样, 饰瓷散在分布。观察组破坏面低倍下可见氧化锆表面仍大面积残留薄层饰瓷, 高倍下可见大部分为薄层饰瓷。**结论** 热酸蚀结合喷砂处理有助于提高氧化锆基底与饰瓷的剪切强度。

【关键词】 热酸蚀; 氧化锆基底; 饰瓷; 剪切强度; 表面处理

【中图分类号】 R783.2 **【文献标志码】** A **【文章编号】** 2096-1456(2019)08-0496-04

【引用著录格式】 关达荣, 邹康元, 陈觉清, 等. 热酸蚀对氧化锆基底与饰瓷剪切强度的影响[J]. 口腔疾病防治, 2019, 27(8): 496-499.

Effect of thermal etching on the shear strength of zirconia substrate and decorative porcelain GUAN Darong, ZOU Kangyuan, CHEN Jueqing, DENG Xiangdong, FU Zhennan. Department of Prosthodontics, The People's Hospital of Chancheng District, Foshan 528000, China

Corresponding author: GUAN Darong, Email: fsgdr@163.com, Tel: 86-757-82240931

【Abstract】 Objective To compare and analyze the effects of thermal etching on the shear strength of zirconia substrates and decorative ceramics. **Methods** A total of 20 specimens made with zirconia ceramics were randomly divided into an observation group and a control group with 10 cases in each group. The control group was treated with sandblasting, while the observation group was treated with sandblasting and thermal etching. The surface characteristics were examined by scanning electron microscope (SEM) and phase analysis of X-ray diffraction (XRD), and the shear strength was tested using a universal testing machine. The characteristics of surface destruction were examined by SEM.

Results SEM showed that the peak structure was observed in both groups. The observation group exhibited deep fissures, and the control group exhibited small fissures. The diffraction peaks of the two groups are similar. The T (101) peak is the main peak, and both groups exhibit an M (111) peak. However, the peak intensity is relatively small. The relative levels of monoclinic zirconia were 15.16% in the observation group and 16.22% in the control group. The shear bond strength of the observation group was 24.74 ± 3.02 MPa, which was significantly higher than that of the control group at 21.09 ± 2.58 MPa. The difference was statistically significant ($t = 2.599, P = 0.021$). In the control group, the porcelain residue on the zirconia surface was minimal at low magnification, and the zirconia substrate was obviously exposed. The zirconia surface was similar to cristae obliqua at high magnification, and the porcelain exhibited a scattered distribution. In the observation group, a large amount of residual veneer porcelain remained on the zirconia surface at

【收稿日期】 2018-09-20; **【修回日期】** 2018-10-30

【基金项目】 广东省佛山市科技项目(2016AB002261)

【通信作者】 关达荣, 副主任医师, 学士, Email: fsgdr@163.com, Tel: 86-757-82240931

low magnification, but considerable porcelain was observed at high magnification. **Conclusion** Thermal etching and sandblasting treatment can improve the shear strength of zirconia substrate.

【Key words】 thermal etching; zirconia substrate; decorative porcelain; shear strength; surface preparation

J Prev Treat Stomatol Dis, 2019, 27(8): 496-499.

氧化锆是具有良好生物相容性和机械性能的全瓷材料,已被广泛用于口腔修复^[1],目前临床多用氧化锆基底+表面饰瓷的双层瓷的形式以提高全冠桥修复的美观效果。但近年来报道显示氧化锆全瓷冠桥修复4年失败率超过10%^[2-3],饰瓷与基底冠剥脱或崩瓷是口腔修复失败的主要原因^[4],因而如何提高氧化锆基底与表面饰瓷的剪切强度成为临床研究热点。热酸蚀与表面喷砂均有助于提升氧化锆与饰瓷的剪切强度^[5-6],将两者联合,是否能够进一步提升该剪切强度,尚需临床研究探讨。本研究制备20个试件,对热酸蚀改善饰瓷剪切强度的效果进行对比分析。

1 资料和方法

1.1 实验设备和材料

IPS e.max ZirPress 氧化锆饰面瓷瓷粉(Ivoclar Vivadent,列支敦士登公国);医用级氧化锆瓷块(WIELAND,德国);IPS e.max Ceram ZirLiner 结合瓷瓷粉(Ivoclar Vivadent,列支敦士登公国);全自动超声清洗机(KRCX-A,济南科尔超声波设备有限公司,中国);触摸式面板多功能烤瓷炉(Multimat Touch & Press, Dentsply,德国);X射线衍射仪(XRD-6100, Shimadzu,日本);扫描电子显微镜(S-3500, Hitachi,日本)。

1.2 实验方法

1.2.1 氧化锆坯体处理 采用牙科打磨机对氧化锆坯体进行切割,制成15 mm × 10 mm × 5 mm长方体氧化锆瓷块,共20个试件,利用烤瓷炉对氧化锆进行烧结,以600 °C/h的速率逐渐升温至900 °C进行烧制,30 min后升温至1 450 °C,继续烧制2 h后,再以550 °C/h速率降低至室温。再对氧化锆进行打磨,修剪为12 mm × 8 mm × 4 mm,选取一面(12 mm × 8 mm),用牙科打磨机以1.5 × 10⁴ r/min速度打磨,作为处理面。将打磨修剪处理后的氧化锆瓷块随机分为观察组和对照组,每组10个。对照组进行喷砂处理,处理方法:将氧化锆瓷块置于喷砂机距氧化锆处理面1 cm处,以100目氧化铝喷砂磨料和0.3 MPa压力、使喷嘴与处理面呈45°夹角,进行喷砂处理,时长15 s。观察组在进行喷砂后继

续行热酸蚀处理:在喷砂处理后用蒸馏水超声清洗3 min,反复冲洗2次。将备制的氧化锆瓷块和酸溶液置于密闭反应釜中,再将反应釜置于100 °C水浴中进行酸洗,酸洗30 min。酸溶液为80 mL甲醇+20 mL的37%浓盐酸+0.2 g的氯化铁构成的混合溶液。将两组试件用超声清洗机清洗2次,再干燥待用。

1.2.2 氧化锆处理面观察 两组中各取2个氧化锆瓷块,其中1个用于扫描电子显微镜观察(scanning electron microscope, SEM),另一个用于X射线衍射分析(phase analysis of x-ray diffraction, XRD),计算单斜相氧化锆相对含量[相对含量 = M相晶面指数的相对衍射强度/(M相晶面指数的相对衍射强度+T相晶面指数的相对衍射强度)]

1.2.3 堆塑饰瓷制作 选取剩余氧化锆瓷块进行堆塑饰瓷处理,在表面涂一薄层遮色瓷,烧结后堆塑体瓷,使饰瓷制成5 mm × 5 mm × 3 mm长方体形状,对试件充分震荡,吸出水分,按说明书程序烧结,再对烧结的饰瓷进行微调,使氧化锆与饰瓷充分结合,厚度3 mm。

1.2.4 剪切强度测试 将试件包埋于自凝树脂中,使氧化锆表面与自凝树脂处于同一平面,显露接合面,自凝树脂凝固后将标准试件固定于万能材料测试机,将调整加载头切端竖直面紧贴氧化锆瓷块,以0.5 mm/min加载速度进行剪切实验,至饰瓷崩裂后,记录剪切力F(N)和氧化锆与饰瓷结合面积(S),计算剪切强度(P) = F/S。两组各选取氧化锆表面残留有饰瓷的试件1个,再行SEM观察表面特征。

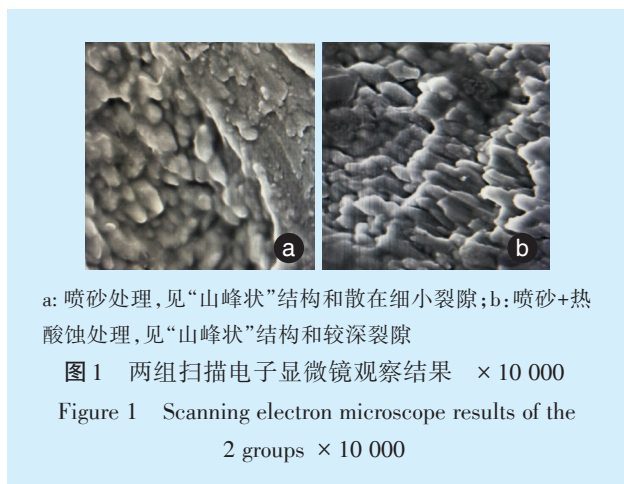
1.3 统计学方法

选用SPSS 19.0统计学软件处理数据,计量资料以 $\bar{x} \pm s$ 表示,组间比较采用t检验, P < 0.05为差异有统计学意义。

2 结果

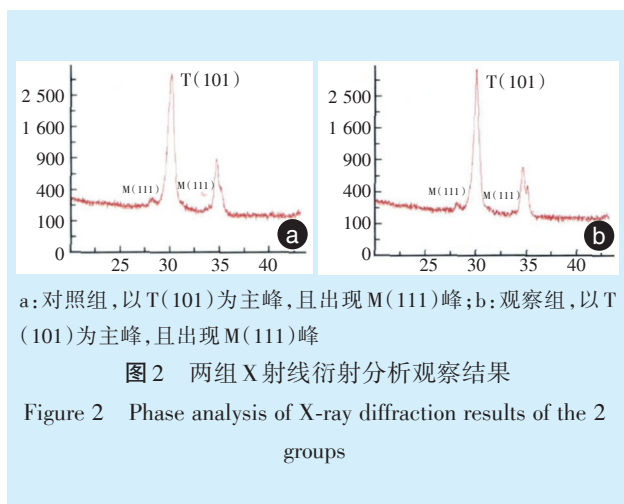
2.1 两组SEM观察结果

对照组可见“山峰状”结构,并散在分布细小裂隙(图1a),观察组可见“山峰状”结构,其间有较深裂隙(图1b)。



2.2 两组 XRD 观察结果

两组衍射峰相似,均以 T(101)峰为主峰,且均出现 M(111)峰,但 M(111)峰强度相对较小,见图2。观察组检测试件单斜相氧化锆相对含量 15.16%,对照组为 16.22%。



2.3 两组剪切强度对比

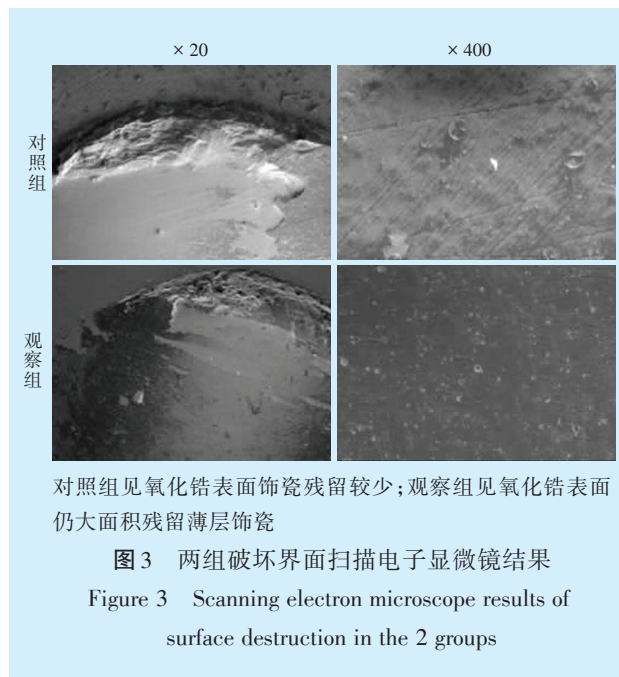
观察组剪切强度 (24.74 ± 3.02) MPa, 对照组 (21.09 ± 2.58) MPa, 两组对比, 差异有统计学意义 ($t = 2.599, P = 0.021$)。

2.4 两组破坏界面扫描电镜观察

对照组低倍下可见氧化锆表面饰瓷残留较少,氧化锆基底裸露明显,高倍下可见氧化锆表面呈均匀斜嵴样,饰瓷散在分布。观察组低倍下可见氧化锆表面仍大面积残留薄层饰瓷,高倍下可见大面积分布薄层饰瓷(图3)。

3 讨论

氧化锆是目前临床常用的口腔修复材料,为



达到美观效果,在使用时多需进行烧结处理,提高氧化锆与饰瓷的剪切强度,对于保障治疗效果具有重要意义^[7-8]。氧化锆与饰瓷的接合主要包括机械接合和压缩接合^[9-10],氧化锆基底与饰瓷接合后,可形成凹凸面将氧化锆与饰瓷间相互交错锁合,从而产生接合作用。喷砂处理利用 Al_2O_3 颗粒撞击氧化锆表面,增加表面粗糙度和表面积,从而提高剪切强度,多项研究^[11-12]发现喷砂处理可改变氧化锆表面微观结构,形成粗糙表面,与本研究结果相符。但近年来有学者提出喷砂处理可诱发氧化锆晶体相变,并增加微纹理的形成,反而可能减弱机械性能^[13]。因而评估喷砂处理的可行性,寻找一种具有高剪切强度的处理方法十分必要。

热酸蚀即电解腐蚀过程,将氧化锆饰瓷置于热酸溶液中,可启动局限性腐蚀作用,并破坏保护性氧化锆层^[14]。本研究显示喷砂+热酸蚀处理后可在表面见较深裂隙,这可能是热酸蚀处理增加饰瓷与氧化锆的剪切强度的原因。另外,本研究显示观察组单斜相氧化锆相对含量显著低于对照组,可能是因热酸蚀处理既避免了氧化锆表面晶体结构的细微改变和微裂纹的产生,又可减少四方相氧化锆向单斜相氧化锆的转化^[15],单斜相氧化锆的减低有助于减小对氧化锆机械性能的负作用。但热酸蚀处理是否会引起氧化锆饰瓷其他的物理性能的变化,从而缩短饰瓷的使用寿命有待今后进一步观察。另外,有报道显示单纯热酸蚀处理剪切强度较喷砂联合热酸蚀处理效果更

好^[16],本研究纳入试件较少,未行单纯热酸蚀处理,有关单纯热酸蚀处理与喷砂联合热酸蚀处理的效果有待今后进一步深入分析。

综上所述,热酸蚀联合喷砂处理较单纯喷砂处理能提高氧化锆基底与饰瓷的剪切强度,降低单斜相氧化锆含量。

参考文献

- [1] Ferrari M, Vichi A, Zarone F. Zirconia abutments and restorations: from laboratory to clinical investigations[J]. *Dental Materials*, 2015, 31(3): e63-e76.
- [2] Spies BC, Balmer M, Patzelt S, et al. Clinical and patient-reported outcomes of a zirconia oral implant: three-year results of a prospective cohort investigation[J]. *J Dent Res*, 2015, 94(10): 1385-1391.
- [3] Kwon MS, Oh SY, Cho SA. Two-body wear comparison of zirconia crown, gold crown, and enamel against zirconia[J]. *J Mech Behav Biomed Mater*, 2015, 47: 21-28.
- [4] Nakamura K, Harada A, Inagaki R, et al. Fracture resistance of monolithic zirconia molar crowns with reduced thickness[J]. *Acta Odontol Scand*, 2015, 73(8): 602-608.
- [5] Lv P, Yang X, Jiang T. Influence of Hot-Etching surface treatment on zirconia/resin shear bond strength[J]. *Materials (Basel)*, 2015, 8(12): 8087-8096.
- [6] Wang G, Zhang S, Bian C, et al. Interface toughness of a zirconia-veneer system and the effect of a liner application [J]. *J Prosthet Dent*, 2014, 112(3): 576-583.
- [7] Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, et al. Meta - analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics[J]. *J Dent Res*, 2014, 93(4): 329-334.
- [8] Linkevicius T. The novel design of Zirconium Oxide-Based Screw-Retained restorations, maximizing exposure of zirconia to Soft peri-implant tissues: clinical report after 3 years of follow-up[J]. *Int J Periodontics Restorative Dent*, 2017, 37(1): 41-47.
- [9] Flamant Q, Garcia Marro F, Roa Rovira JJ, et al. Hydrofluoric acid etching of dental zirconia. Part I: etching mechanism and surface characterization[J]. *J Eur Ceram Soc*, 2016, 36(1): 121-134.
- [10] Akazawa N, Koizumi H, Nogawa HA, et al. Effect of mechano-chemical surface preparation on bonding to zirconia of a trin-butyl-borane initiated resin[J]. *Dent Mater J*, 2017, 36(1): 19-26.
- [11] Kiran Chintapalli R, Mestra Rodriguez A, Garcia Marro F, et al. Effect of sandblasting and residual stress on strength of zirconia for restorative dentistry applications[J]. *J Mech Behav Biomed Mater*, 2014, 29(S1): 126-137.
- [12] He M, Zhang ZT, Zheng DX, et al. Effect of sandblasting on surface roughness of zirconia-based ceramics and shear bond strength of veneering porcelain[J]. *Dent Mater J*, 2014, 33(6): 778-785.
- [13] Nishigawa G, Maruo Y, Irie M, et al. Various effects of sandblasting of dental restorative materials[J]. *PLoS One*, 2016, 11(1): e0147077.
- [14] Melo RM, Souza R, Dursun E, et al. Surface treatments of zirconia to enhance bonding durability[J]. *Oper Dent*, 2015, 40(6): 636-643.
- [15] Saito J, Ishikawa T, Nakamura T, et al. Effect of thermal etching on GaAs substrate in molecular beam epitaxy[J]. *Jpn J Appl Phys*, 2014, 25(8): 1216.
- [16] Cho JH, Kim SJ, Shim JS, et al. Effect of zirconia surface treatment using nitric acid - hydrofluoric acid on the shear bond strengths of resin cements[J]. *J Adv Prosthodont*, 2017, 9(2): 77-84.

(编辑 罗燕鸿,管东华)

· 短讯 ·

《口腔疾病防治》杂志加入 OSID 开放科学计划

《口腔疾病防治》杂志从2019年9月起加入 OSID (Open Science Identity) 开放科学计划。将通过在文章上添加开放科学二维标识码 (OSID 码), 为读者和作者提供一个与业界同行和专家进行学术交流研究成果的途径, 同时提供系列增值服务, 提升论文的科研诚信。对于已录用稿件的作者需根据《口腔疾病防治》杂志官网下载中心相关的指引注册“OSID 作者助手”工具账号, 使用工具创建 OSID 码, 按照要求在录用稿件中加入 OSID 码一起发到本刊邮箱 kqjbfz@vip.126.com。

OSID 开放科学计划, 是国家新闻出版署出版融合发展(武汉)重点实验室发起的一项促进学术交流, 推动科研诚信的计划。通过 OSID, 作者可以使用电脑或手机上传简短的语音、视频、文字介绍, 更加立体化地展示和传播科研成果, 弥补纸质载体的局限性, 也可与本专业其他研究人员互动、交流, 提升论文的阅读量和下载量和引用率, 扩大论文和作者的影响力, 同时, 让科研过程可追溯, 提升了研究成果的诚信质量。

《口腔疾病防治》编辑部