

[DOI]10.12016/j.issn.2096-1456.2018.02.005

· 基础研究 ·

Er:YAG 激光照射对可切削二硅酸锂增强型玻璃陶瓷粘接性能的影响

侯晔坡¹, 沈仁泽², 陈路沅¹, 陈艺³, 江颖彤⁴, 李菁梅⁴, 高杰⁴

1. 南方医科大学南方医院口腔科, 广东 广州 (510515); 2. 厦门大学附属中山医院口腔科, 福建 厦门 (361000);
3. 广州医科大学附属第一医院骨科, 广东省骨科矫形技术与植入材料重点实验室, 广东 广州 (510120);
4. 广州医科大学附属口腔医院·广州口腔疾病研究所·口腔医学重点实验室, 广东 广州 (510140)

【摘要】 目的 探讨不同脉冲能量的Er:YAG激光照射对可切削二硅酸锂增强型玻璃陶瓷(IPS e.max CAD)粘接性能的影响。**方法** 制作96个5 mm×5 mm×5 mm的IPS e.max CAD试件,依据预处理方式分为8组:对照组(A组)、氢氟酸蚀组(B组)、不同脉冲能量Er:YAG激光组(C组100 mJ、D组200 mJ、E组300 mJ、F组400 mJ、G组500 mJ、H组600 mJ),每组12个样本。通过原子力显微镜观察陶瓷表面微观形貌,并测试其剪切粘接强度(Shear Bond Strength, SBS)。**结果** C~H组SBS均大于B组,其中F组SBS最大,为(24.12±1.91) MPa,与B组相比差异具有统计学意义;原子力显微镜观察表面结构显示,A组光滑平整,B组形成均匀的针尖状凸起结构,激光组逐渐形成排列规则的圆柱状凸起结构,其中G、H组表面有破坏痕迹。**结论** 400 mJ Er:YAG激光照射可作为IPS e.max CAD陶瓷粘接前的有效预处理方法。

【关键词】 Er:YAG激光; 玻璃陶瓷; 粘接强度; 原子力显微镜; 微观形貌

【中图分类号】 783.1 **【文献标识码】** A **【文章编号】** 2096-1456(2018)02-0095-04

【引用著录格式】 侯晔坡, 沈仁泽, 陈路沅, 等. Er:YAG激光照射对可切削二硅酸锂增强型玻璃陶瓷粘接性能的影响[J]. 口腔疾病防治, 2018, 26(2): 95-98.

The effect of Er: YAG laser irradiation on bonding properties of IPS e.max CAD ceramics HOU Yepo¹, SHEN Renze², CHEN Luyuan¹, CHEN Yi³, JIANG Yingtong⁴, LI Jingmei⁴, GAO Jie⁴. 1. Department of Stomatology, Nanfang Hospital of Southern Medical University, Guangzhou 510515, China; 2. Department of Stomatology, Zhongshan Hospital, Xiamen University, Xiamen 361000, China; 3. Department of Orthopedics Surgery, 1st Affiliated Hospital of Guangzhou Medical University, Guangdong Provincial Key Lab of Orthopedics Technology and Implant Materials, Guangzhou 510120, China; 4. Key Laboratory of Oral Medicine, Guangzhou Institute of Oral Disease, Stomatology Hospital of Guangzhou Medical University, Guangzhou 510140, China

Corresponding author: GAO Jie, Email: 48014713@qq.com, Tel: 0086-20-62787939

【Abstract】 Objective To investigate different Er:YAG laser power settings on the bonding properties of IPS e.max CAD ceramics. **Methods** 96 IPS e.max CAD ceramics blocks (5 mm×5 mm×5 mm) were prepared and randomly divided into 8 groups (n=12), the untreated blocks served as the control, while one of the experimental groups was treated with 4.5% HF for 20 seconds, six remaining test group (C、D、E、F、G、H) were treated with different Er: YAG laser power settings: 100 mJ、200 mJ、300 mJ、400 mJ、500 mJ and 600 mJ. Morphology of the ceramic surface was observed by atomic force microscopy and its shear bond strength (SBS) was tested. **Results** Higher shear bond strength values were found in group C-H compared to group B, the highest is group F (24.12±1.91) MPa. The difference was statistically significant. The atomic force microscope observation of the surface structure showed that the control group was

【收稿日期】 2017-09-26; **【修回日期】** 2017-10-18

【基金项目】 广东省科技计划项目(2014A020211017)

【作者简介】 侯晔坡, 硕士研究生在读, Email: 464899885@qq.com

【通信作者】 高杰, 教授, 博士, Email: 48014713@qq.com

smooth and flat, and the HF-like etching group formed a uniform needle-like convex structure. The laser group gradually formed a regularly arranged cylindrical convex structure, in which the surface of the G and H groups was damaged.

Conclusion The Er: YAG laser power settings of 400 mJ can be used as an effective pretreatment method before bonding of IPS e.max CAD ceramic.

【Key words】 Er: YAG laser; IPS e.max CAD; Bonding strength; Atomic force microscope; Microphology

目前,可切削陶瓷嵌体是牙体缺损修复中的重要组成类别,其基本要求为可切削陶瓷与牙体间有良好的粘接性能^[1]。临床上常用2.5%~10%的氢氟酸(HF)酸蚀陶瓷表面0.5~3 min以获得最佳粘接效果^[2],但HF对人体具有毒性和强腐蚀性。近年来,Er: YAG激光在口腔科中运用越来越广泛,而其在牙科陶瓷材料的应用研究仅限于氧化锆陶瓷及部分传统热压铸玻璃陶瓷,在可切削CAD/CAM陶瓷研究极少,且其使用参数及效果尚无统一论。因此,本实验采用不同能量参数Er: YAG激光对临床常用CAD/CAM陶瓷IPS e.max CAD进行表面预处理,检测其对粘接性能的影响,从而为临床该类CAD/CAM陶瓷粘接提供一种安全可靠的方法。

1 材料和方法

1.1 主要材料和仪器

可切削二硅酸锂增强型玻璃陶瓷(Ivoclar IPS e.max CAD for CEREC and inLab,列士敦士登)、Er: YAG激光(Fotona,德国)、硬组织切片器-E300CP型(EXAKT Vertriebs GmbH,德国)、万能测试机(SANS,中国)、VarioLink N粘接套装(Ivoclar Vivadent,列士敦士登)、体视显微镜(OLYMPUS,日本)、原子力显微镜(Bruker,美国)。

1.2 瓷片制备

流水下用硬组织切片器将IPS e.max CAD陶瓷切割成块状,约5 mm×5 mm×5 mm,体视显微镜下(×10)选取96片内部无缺陷者随机分为8组,每组12片,蒸馏水超声清洗5 min,吹干后立即进行以下表面预处理。对照组(A组):瓷面不做任何处理;HF酸蚀组(B组):瓷面用4.5%HF酸蚀剂酸蚀20 s,大量水彻底冲洗30 s后吹干;激光组:Er: YAG机头(R02)垂直对准样本表面,并保持两者距离约7 mm,波长2 940 nm,频率15 HZ,脉冲持续时间250 μs,水:汽=8:4,对瓷片进行网状扫描式照射20 s,C、D、E、F、G、H组激光脉冲能量分别为100 mJ、200 mJ、300 mJ、400 mJ、500 mJ、600 mJ。

1.3 粘接强度测试

制作80个直径3 mm,高4 mm的树脂丁。每组选择10片陶瓷(n=10),瓷片粘接面朝上包埋于自凝树脂中制成高2 cm,直径12 mm的试件(包埋时注意保持粘接面的清洁)。然后在瓷片表面粘上预先打有圆孔(直径3 mm)的单面胶带(厚约50 μm),以限定粘接面积。根据VarioLink N操作说明书在瓷片粘接面依次涂布硅烷偶联剂及粘接剂,将预先准备的树脂丁粘入瓷面圆孔中,用同一0.5 kg砝码加压,初始光照固话2~4 s后探针去除多余粘固剂,再分别从上方、左右两侧各光照20 s,静置24 h后,将所有粘接试件置于人工唾液中37℃水浴24 h,取出后将粘接试件置于万能测试机上,剪切速度为2 mm/min,以试件破坏时最大载荷值除以粘接面积计算抗剪切粘接强度($P = F/S$)。

1.4 粘接断面观察

体视显微镜(×20)下观察各组试件粘接断面的破坏形式,按照以下标准分为3类,①界面破坏:粘接破坏发生在被粘体(陶瓷和树脂)与粘接剂界面,此时主要与粘接强度有关;②内聚破坏:陶瓷成树脂内部断裂;③混合破坏:同时发生界面破坏和内聚破坏。

1.5 微观形貌观察

每组取2个瓷片样本置于原子力显微镜观察表面三维微观形貌,每个试件选取20 μm×20 μm区域,探针移动频率为1 Hz。

1.6 统计学处理

采用SPSS 16.0软件进行数据分析,对计量资料进行方差分析,组间比较采用LSD-t检验。计数资料卡方检验, $P < 0.05$ 为差异有统计学意义。

2 结果

2.1 粘接强度

分析结果显示,各组试件的剪切粘接强度(Shear Bond Strength, SBS)差异有统计学意义($F = 11.45, P < 0.01$),A组SBS最低,F组SBS最高(表1)。

表1 各组试件粘接剪切强度

Table 1 Shear bond strength with different treatments

n = 10, $\bar{x} \pm s$, MPa			
组别	剪切强度	P ₁ 值	P ₂ 值
A	6.50 ± 2.65	-	-
B	10.29 ± 0.84	0.179	-
C	15.06 ± 1.06	0.005	0.064
D	15.58 ± 1.06	0.001	0.058
E	17.99 ± 0.88	< 0.001	0.003
F	24.12 ± 1.91	< 0.001	< 0.001
G	20.10 ± 1.65	< 0.001	< 0.001
H	22.74 ± 1.63	< 0.001	< 0.001

注 P₁值:各组与对照组相比的P值;P₂值:各组与B组相比的P值。

2.2 粘接破坏形式

体视显微镜(×20)下观察各组试件粘接破坏形式差异有统计学意义($\chi^2 = 40.551, P < 0.001$,表2)。

2.3 表面微观形貌

原子力显微镜观察结果显示,A组陶瓷表面平坦(图1a);B组陶瓷呈现大量规则的针尖样凸起,形成此起彼伏的山峰状结构(图1b);C~E组陶瓷

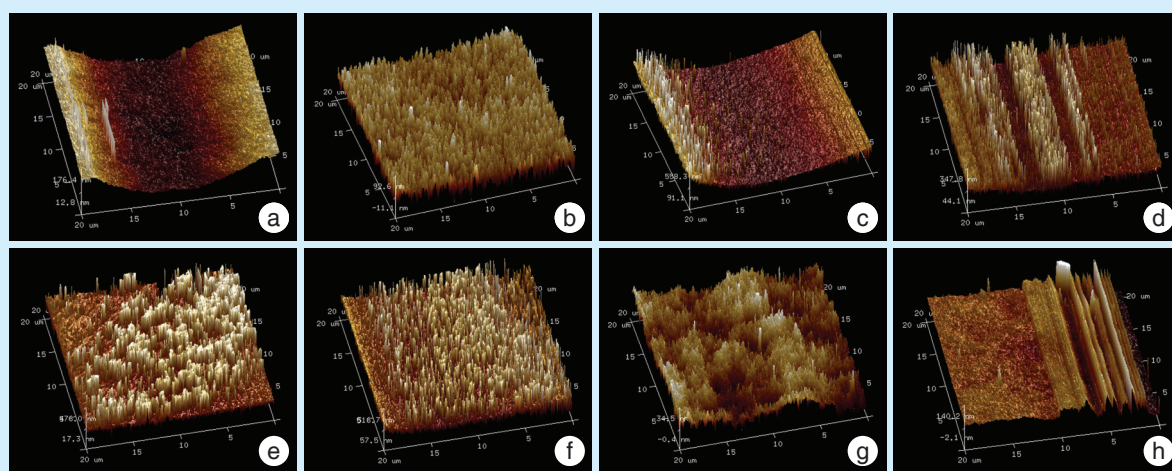
表2 各组试件粘接面破坏形式

Table 2 Bonding disruptive form with different treatments

n = 10					
组别	界面破坏 (个)	内聚破坏 (个)	混合破坏 (个)	P ₁ 值	P ₂ 值
A	8	1	1	-	-
B	2	6	2	0.008	-
C	4	0	6	0.488	0.014
D	4	1	5	0.649	0.053
E	3	5	2	0.027	0.590
F	0	8	2	< 0.001	0.131
G	2	7	1	0.004	0.893
H	3	7	0	0.009	0.814

注 P₁值:各组与对照组相比的P值;P₂值:各组与B组相比的P值。

表面逐渐呈现出越来越多的柱状突起样结构,但分布无规律(图1c~1e);F组陶瓷表面呈现均一的柱状凸起,分布规则(图1f);G组陶瓷表面虽形成大量分布规则的波浪状突起,但部分突起间形成大量凹坑状结构(图1g);H组表面可见部分褶皱样结构,陶瓷结构被破坏(图1h)。



a: A组; b: B组; c: C组; d: D组; e: E组; f: F组; g: G组; h: H组。

图1 IPS e.max CAD陶瓷不同表面预处理后表面微观结构原子力显微镜图

Figure 1 AFM image of IPS e.max CAD ceramics with different treatments

3 讨论

Er:YAG(铒、钇、铝、石榴石)激光是一种波长为2.94 μm的水动力生物激光系统,1997年经美国食品级药物管理局批准作为牙体硬组织激光而应用于临床^[3]。Er:YAG作为牙体组织粘接前的预处理方式已得到大部分学者肯定^[4-6],目前开始有学者考虑将激光刻蚀作为齿科陶瓷粘接前的预处理

技术,相比Nd:YAG、CO₂等其他激光,Arami等^[7]认为Er:YAG激光在增加陶瓷表面粗糙度时并不会损害陶瓷表面结构。Er:YAG激光作用于玻璃陶瓷表面,主要靠改变陶瓷表面的玻璃相结构,增加微机械嵌合力而提高粘接强度^[8]。若激光参数使用不当,其热化和冷却阶段的温度差可能导致材料内部结构的损害^[9]。各学者研究时使用参数不

尽相同^[10-12],而现在临床上使用Er:YAG激光进行陶瓷粘接预处理时,对其参数调节尚无统一结论。针对目前的研究现状,本研究选择临床上最常用的可切削CAD/CAM玻璃陶瓷IPS e.max CAD,通过调节Er:YAG激光照射时的脉冲能量值,以期获得最佳粘接性能。

实验结果显示,随着激光脉冲能量的增大,陶瓷与树脂间的粘接强度逐渐加大,均高于对照组及HF酸蚀组,与其他学者研究结果相同^[13-14]。这是由于激光处理后,水动力系统通过热穿透能力使被照射表面温度升高,产生的蒸气压在陶瓷表面形成微小爆炸,从而使陶瓷表面部分结构被去除以形成不光滑的表面。当激光脉冲能量较小,如100 mJ或200 mJ时,其穿透能力较差。随着Er:YAG脉冲能量增加至300 mJ或400 mJ时,陶瓷表面的柱状凸起由不规则变得规则,当为400 mJ时,陶瓷表面形成均匀的柱状凸起结构,排列整齐,且相邻凸起间距离适宜,这种结构可以增加有效粘接面积,这与F组粘接强度最高(24.12 ± 1.91)MPa相符,但该数值与闫凯旋等^[15]使用同种激光处理可切削玻璃陶瓷后粘接强度相差较大(11.52 ± 3.70)MPa,可能是由于使用瓷块种类不同,其内部不同晶体结构可导致对激光的敏感性不同,本实验使用的粘接剂为VarioLink N,亦可影响其粘接强度。但当参数大于500 mJ时,陶瓷表面出现不规则的破坏区,考虑到这种结构破坏可能导致材料本身的强度降低,所以本实验认为当激光参数为500 mJ或600 mJ时,并不适合临床粘接使用。

虽然激光处理后其表面锁嵌结构与HF酸蚀后不尽相同,B组的凸起为尖粒结构,而激光处理以柱状凸起为主,与Silva等^[16]发现的类似台阶状结构不同,但均能增加陶瓷与树脂间的有效粘接面积,从而提高粘接强度,其不同三维形貌可能是由于陶瓷成分及激光参数不同。从各组试件的粘接断面的破坏方式来看,A组以界面破坏为主,说明无处理的陶瓷与树脂间的剪切强度不是很高,小于陶瓷或树脂本身的强度,而B组和400~600 mJ激光组以内聚破坏为主,说明这几组的粘接强度大于被粘体或树脂的内聚强度,经过该种表面处理,其粘接强度得到提高。

综上所述,使用Er:YAG激光作为IPS e.max CAD陶瓷粘接前的预处理技术,当脉冲能量为400 mJ时,既能不破坏陶瓷表面微观结构,又能获得较理想的粘接强度和微渗漏水平,该参数可作为临

床上该类陶瓷粘接时提供参考依据。该实验只是选择了Er:YAG众多参数中的一个作为变量研究,而如何协同使用其他参数以获得更好粘接性能,仍需进一步研究。

参考文献

- [1] Mclean JW. Ceramics in clinical dentistry[J]. Br Dent J, 1988, 164(6): 187-194.
- [2] Della BA, Shen C, Anusavice KJ. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic[J]. Dent Mater, 2004, 20(4): 338-344.
- [3] Burkes EJ, Hoke J, Gomes E, et al. Wet versus dry enamel ablation by Er: YAG laser[J]. J Prosthet Dent, 1992, 67(6): 847-851.
- [4] Kong YY, Chen Y, Shen R, et al. Influence of thermocycling on shear bond strength of glass ionomer cement to Er: YAG laser-prepared enamel[J]. Lasers Surg Med, 2016, 48(10): 978-984.
- [5] Soares LE, Resende EB, Brugnera A, et al. Combined FT-Raman and SEM studies of the effects of Er: YAG laser irradiation on dentin[J]. Photomed Laser Surg, 2007, 25(4): 239-244.
- [6] 李进红, 金冬梅, 钟伟英. Er: YAG激光预处理对牙本质-全瓷粘接剪切强度影响的体外研究[J]. 口腔医学, 2016, 36(4): 341-344.
- [7] Arami S, Tabatabae MH, Namdar SF, et al. Effects of different lasers and particle abrasion on surface characteristics of zirconia ceramics[J]. J Dent (Tehran), 2014, 11(2): 233-241.
- [8] Akyil MŞ, Yılmaz A, Bayındır F, et al. Microtensile bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic[J]. Photomed Laser Surg, 2011, 29(3): 197-203.
- [9] Parker S. The use of lasers in fixed prosthodontics[J]. Dent Clin North Am, 2004, 48(4): 971-998.
- [10] Akyil MS, Yılmaz A, Karaalioglu OF, et al. Shear bond strength of repair composite resin to an acid-etched and a laser-irradiated feldspathic ceramic surface[J]. Photomed Laser Surg, 2010, 28(4): 539-545.
- [11] Gökçe B, Ozpinar B, Dündar M, et al. Bond strengths of all-ceramics: acid vs laser etching[J]. Oper Dent, 2007, 32(2): 173-178.
- [12] 钟恬, 胡道勇. 牙科陶瓷表面处理技术研究进展[J]. 中国实用口腔科杂志, 2010, 3(6): 376-378.
- [13] Akin H, Tugut F, Akin GE, et al. Effect of Er: YAG laser application on the shear bond strength and microleakage between resin cements and Y-TZP ceramics[J]. Lasers Med Sci, 2012, 27(2): 333-338.
- [14] Yassaei S, Moradi F, Aghili H, et al. Shear bond strength of orthodontic brackets bonded to porcelain following etching with Er: YAG laser versus hydrofluoric acid[J]. Orthodontics (Chic.), 2013, 14(1): e82-e87.
- [15] 闫凯旋. Er: YAG激光预处理对玻璃陶瓷与牙本质间粘接性能影响的实验研究[D]. 石家庄: 河北医科大学, 2016.
- [16] Silva BTFD, Cesar PF, Freitas PMD, et al. Three-dimensional profilometric assessment of Er: YAG laser irradiated unsintered zirconia[J]. J Mater Sci, 2016, 51(15): 7266-7275.

(编辑 罗燕鸿, 管东华)