

GF 渗透陶瓷表面不同处理方式对瓷与牙本质粘接抗剪强度的影响

于海洋 巢永烈 廖运茂 王 航

摘要 目的:探讨合适的渗透陶瓷表面处理方式。方法:以不同的表面处理为影响因素,将陶瓷片分为4组,采用水平推式剪切强度试验法,所得试验数据经统计学分析,考察不同表面处理方式与常规 Bis-GMA 类树脂粘接剂间的结合强度。结果:HF 加硅烷、喷砂加硅烷组粘接抗剪强度 24 h 略增加,但差别无统计学意义,在模拟口腔环境下 30 d 后,抗剪强度下降十分明显,而热学硅涂层加硅烷组 24 h 后增加明显,与其它组对照差别有统计学意义 ($P < 0.05$),30 d 后抗剪强度略有下降。结论:热学硅涂层加硅烷是渗透陶瓷粘接面的较好的处理方法。

关键词 渗透陶瓷 抗剪粘接强度 粘接

Shear Strength of Bond of the Dentin to GF Glass-infiltrated Alumina Ceramic After Varying Modes of Surface Conditioning

Yu Haiyang, Chao Yonglie, Liao Yunmao, et al

College of Stomatology, West China University of Medical Sciences

Abstract

Objective: The adequate surface conditioning method for GF glass infiltrated alumina ceramic was investigated. **Methods:** The test specimens were divided into 3 groups (A. HF + silicone, B. sandblasting + silicone and C. thermal silicoating + silf cone). Shear bonding strengths of porcelain bonded to dentin were tested. **Results:** The bond strength of group A and B slightly increased after one day but decreased sharply after 30 days. However, no statistical significance was observed. The group C showed a pronounced enlargement of bond strength after one day and had a durable bond after 30 days thermal cycling. It is statistically significant when group C was compared with group A and B. **Conclusion:** It can be inferred that silicoating method be a better way for glass infiltrated alumina ceramic bonding.

Key words: glass-infiltrated alumina ceramic bonding shear bonding strength

玻璃渗透陶瓷 (glass-infiltrated alumina oxide ceramic, 简称渗透陶瓷), 是一种新型全瓷冠桥修复材料, 其 3 点挠曲强度达到了 320 ~ 600 MPa, 是一般全瓷材料的 3 ~ 4 倍, 已成功地用于临床制作单冠及三单位固定桥, 因其有类似天然牙的半透明性, 避免了底层金属颜色的干扰, 从而使修复体的美观性能十分接近天然牙, 已在海外临床上获得成功^{1~5}。

四川大学华西口腔医学院从 1993 年自行开发

研制了 GI 系列渗透陶瓷, 现已初步应用于临床。渗透陶瓷其化学组分和结构与常规硅酸盐陶瓷有一定的差别, 对常规陶瓷有效的粘接技术用于渗透陶瓷难以获得理想的粘接效果。为了寻找适当的表面处理方式, 改善粘接效果, 本研究采用一种常见的 Bis-GMA 类树脂粘接剂, 对比研究 3 种常规的表面处理方式的粘接效果, 为临床应用提供参考。

1 材料和方法

1.1 材料和仪器

GF 渗透陶瓷片 (四川大学华西口腔医院), Calibra 粘接树脂 (Dentsply 公司, 美国), 热化学喷硅机 (Kulzer 公司, 德国), 15% HF 酸; 剪切试验机 (Instron) 由试件固定台、加载

本课题为四川省科委和四川大学华西口腔医学院院基金资助项目 (编号 G99027)

作者单位: 610041 四川大学华西口腔医学院

头、步进电机和传感器、放大仪及描记仪等组成,记时器精确到0.1 s。

1.2 渗透陶瓷片的制备

按 GI 系列渗透陶瓷工艺用专门模具制备陶瓷片,在体视显微镜下选出无缺陷的 40 片,用车床加工制备成 6 mm ×5 mm ×1 mm 大小。随机分成 4 组,每组 10 片。A 组为 HF 酸蚀剂加硅烷组,先将瓷片随机编号,用 15 % HF 蚀刻 10 s,流水冲净,超声清洗 10 min,吹干后涂硅烷,立即粘接; B 组为喷砂加硅烷组,随机编号,喷砂 (50 ~ 110 μmAl₂O₃, 0.25 MPa, 10 s, 距离 10 mm), 超声清洗 10 min,吹干后涂硅烷,立即粘接; C 组为硅涂层组,随机编号,烧结完成 SiO₂ 涂层后,超声清洗 10 min,吹干后涂硅烷,立即粘接; 对照组,瓷片超声清洗 10 min,吹干后涂硅烷,立即粘接。

1.3 牙面预备

收集并选择无龋坏、无变异的离体恒第三磨牙 40 颗,去除根面软组织,超声洁牙,放入蒸馏水中,滴加 1 ~ 2 滴 0.1 % 麝香草酚,置于冰箱 3 保存。将离体牙体包埋于树脂块中,使釉面向上并与树脂表面平行,长轴方向与树脂块一致。喷水情况下,用 200 400 600 目切盘平行于釉面预备粘接面,切割深度位于牙本质内。选择单面胶带,制 40 片 10 mm ×10 mm 方片,方片中央作 3 mm ×3 mm 方形孔洞。将已行牙体预备的牙面用与树脂配套的牙面处理液处理后,冲洗干燥,再贴胶带方片,方孔位于釉面中央,按说明书使用树脂粘接剂,将瓷片轻压就位,保持 5 min 后,放置于 37 蒸馏水中,1 d 后测试其中一半试件的抗剪强度,另一半试件经冷热循环 (5 ~ 55 , 6000 次), 30 d 后进行测试。所有操作都由同一操作者完成,手法相同,重复性好。

1.4 剪切试验方法和粘接抗剪强度计算

采用剪切试验机,加载后,固定台向加载头移动(图 1)。加载头与瓷片加载面均匀接触,加载速度 0.1 mm/min。观察并记录 SMI 体视显微镜下试件破坏形式,并计算粘接抗剪强度 (MPa),粘接抗剪强度 = 破坏时最大载荷 / 粘接面积。

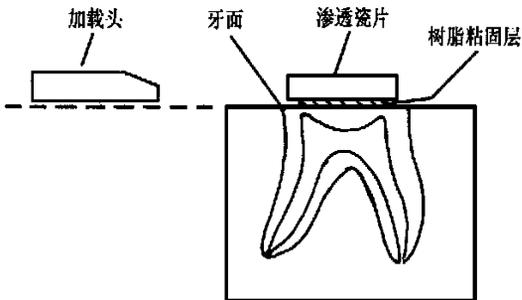


图 1 剪切试验示意图

1.5 统计学处理

将每组各点对应的粘接强度值输入计算机,用 Foxpro 2.6 建立剪切试验数据库,用 Stata 4.0 统计软件作方差分析,两两比较用 Scheffe 法, = 0.05。

2 结 果

2.1 粘接抗剪强度

4 种表面处理方式在不同时间段渗透陶瓷与牙本质间的粘接抗剪强度见表 1,方差分析表明 A 组、B 组与对照组差别无统计学意义 (P > 0.05)。C 组与 A 组、B 组、对照组间的差别有统计学意义 (P < 0.05)。

表 1 4 种表面处理方式不同时间点粘接抗剪强度值 (n = 10, x̄ ± s, MPa)

Table with 5 columns: 时间(d), A组 HF+硅烷, B组 喷砂+硅烷, C组 SiO2涂层+硅烷, 对照组. Rows for 1d and 30d.

2.2 粘接破坏形式

GI 渗透陶瓷与牙体粘接抗剪破坏形式见表 2, 图 2、3。

表 2 GI 渗透陶瓷与牙体粘接抗剪破坏形式

Table with 5 columns: 比较项目, 树脂-陶瓷, 树脂-牙本质, 混合破坏, 陶瓷内聚破坏. Rows for 例数 and %.



图 2 混合破坏形式 左:牙本质表面残留的粘固剂 右:瓷片表面残留的粘固剂

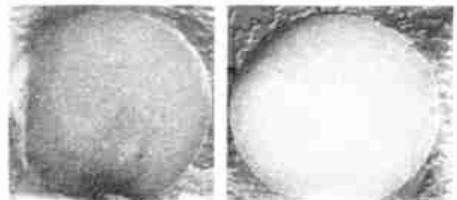


图 3 树脂 - 陶瓷界面破坏形式 左:牙本质表面有完整的树脂粘接剂 右:瓷片表面无树脂粘接剂

3 讨 论

3.1 渗透陶瓷粘接特点

渗透陶瓷是将氧化铝粉浆涂塑于耐火代型上,在 1120℃ 烧结 2 h 形成多孔的网状氧化铝核型,然后在 1100℃ 用熔融的稀土玻璃料渗透充满氧化铝核型的孔隙,形成一种氧化铝与玻璃连续交联互渗的复合结构。并且因为其表面主要为氧化铝,因此采用常规处理硅酸盐陶瓷的有效方法,如喷砂、HF 蚀刻加硅烷等,对提高渗透陶瓷的粘接强度效果不佳^{6~8}。这与本实验研究结果一致。

3.2 渗透陶瓷表面处理技术与粘接强度

对渗透陶瓷表面用喷砂的目的是增大表面粗度,提高粘接面积,形成的凹凸表面有利于增加机械嵌合力,增加粘接强度⁸。本研究证明喷砂可提高渗透陶瓷的早期粘接强度,但随着在模拟口腔环境(潮湿,冷热循环)条件下,时间越长其强度也下降越明显。说明单独使用喷砂处理,渗透陶瓷粘接面不能获得稳固的粘接,但考虑到渗透陶瓷制作工艺中底层冠粘接面常规要喷砂处理,因此应配合其它表面处理技术来提高其粘接强度。常规的硅酸盐系陶瓷,因其结构中含有较多的 Si-O 键,因此可用 HF 酸蚀剂粘接瓷面,增加粘接强度^{6~8};而渗透陶瓷表面仅 20% 左右为玻璃相用 HF 蚀刻仅能使玻璃相丧失,从而使表面结构变松散,使粘接强度下降^{9,10}。本研究的结果表明 HF 蚀刻组粘接强度值低,与对照组的差别无统计学意义。同样,偶联剂依赖与陶瓷表面的 SiO₂ 形成稳定的 Si-O-Si 共价键,另一端则和粘接树脂产生共聚应形成化学键,或与树脂分子交织,从而获得较高的粘接强度,而渗透陶瓷表面 SiO₂ 含量极少,Al₂O₃ 与硅烷间结合力低且不稳定,且在模拟口腔条件下粘接强度下降更加明显,因此单独涂布偶联剂也不能获得稳定的粘接效果^{11,12}。通过用热学涂层(SiO₂ 涂层)对渗透陶瓷作表面改性就可获得稳定的粘接效果,但其工艺、烧结方式等有待做进一步研究^{13,14}。

有些学者认为模拟口腔环境下测试对强度实验的干扰较大,短期测试应包括 150 d 时间点⁷。本研究最长只选用 30 d,因此对 C 组是否能保持长久粘接有待进一步研究。

3.3 粘接破坏形式

从粘接破坏形式可看出在渗透陶瓷与牙本质

粘接复合体中最薄弱界面就是瓷与树脂界面而不是树脂与牙本质界面或瓷片本身。因此,渗透陶瓷粘接面的处理对粘接效果意义很大。

本研究证明对渗透陶瓷表面改性(SiO₂ 涂层)再配合偶联剂,一般树脂粘接剂也可获得较好的粘接效果。

参考文献

- 1 Claus H. Vita Ir-Ceram, a new system for preparation of oxide-ceramic crown and ridge frame work. *Quintessenz Zahntech*, 1990, 16(1): 35~46
- 2 Pfeiffer P, Schwikerath H, Sommer MC. Tensile strength of dental porcelains. *Zahnarzt Welt*, 1991, 100(3): 938~942
- 3 Kappert HF, Knode H. Ir-Ceram: testing a new ceramic material. *Quintessence Dent Technol*, 1993, 16(1): 87~97
- 4 Kern M, Knode H, Strub JR. The all-porcelain, resin-bonded bridge. *Quintessence Int*, 1991, 22(2): 257~262
- 5 McLaren EA, White SN. Survival of Ir-Ceram Crowns in a private practice: a prospective clinical trial. *J Prosthet Dent*, 2000, 83(2): 216~221
- 6 Kraivixien-Von R, Pietrobon N, Nathanson D. Bond strength of resin cement to Ir-Ceram Core material. *J Dent Res*, 1992, 71(6): 533
- 7 Kern M, Neikes M. Tensile strength of the bond to Ir-Ceram after varying modes of surface conditioning. *Dtsch Zahnarzt Z*, 1991, 46(2): 758~761
- 8 Kern M, Thompson VP. Tensile bond strength of new adhesive systems to Ir-Ceram ceramic. *J Dent Res*, 1993, 72(6): 369
- 9 Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic. Volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent*, 1994, 71(5): 453~461
- 10 Kern M, Thompson VP. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic. Adhesive methods and their durability. *J Prosthet Dent*, 1995, 73(1): 240~249
- 11 Soderholm KJ, Shang SW. Molecular orientation of silane at the surface of colloidal silica. *J Dent Res*, 1993, 72(9): 1050~1054
- 12 Pape FW, Pfeiffer P, Marx R. Bond strength of etched Ir-Ceram to tooth enamel. *Zahnarzt Welt*, 1991, 100(3): 450~453
- 13 Neikes M, Kern M, Strub JR. Tensile bond strength of two silicoating systems on the Al₂O₃-Ceramic Ir-Ceram. *J Dent Res*, 1992, 71(6): 533
- 14 Isidor F, Stokholm R, Ravnholt G. Tensile bond strength of resin luting cement to glass-infiltrated porous aluminium oxide cores (Ir-Ceram). *Eur J Prosthodont Restor Dent*, 1995, 3(5): 199~205

(2000-05-17 收稿)

(本文编辑 刘 怡)