

单层及双层氧化锆基全冠老化后的断裂强度研究

本研究的目的是评估设计和表面处理对单层（1.5mm 厚度）和双层（0.8mm 氧化锆基底和 0.7mm 饰瓷）的钇稳定四方相氧化锆（Y-TZP）冠人工老化后的断裂强度的影响。收集牛切牙并进行标准全冠预备，使用 CAD/CAM 技术制作 Y-TZP 全冠，分组如下（n=10）：抛光单层氧化锆冠（PM）；上釉单层氧化锆冠（GM）；饰瓷-氧化锆基底双层冠（BL）。使用树脂水门汀将冠粘接在基牙上，放入咀嚼模拟器（250 万次循环 / 80N / 人工唾液 / 37°C）进行人工老化及断裂强度测试。人工老化结束后，另取两个 PM 组和 GM 组冠，进行化学成分分析，测定钇含量。单因素方差分析和 Tukey 法检验 ($P=0.05$) 说明，两组单层氧化锆的断裂强度相近（PM=3476.2N±791.7；GM=3561.5N±991.6），高于双层冠（2060.4N±810.6）。三种表面处理的单层氧化锆冠内的钇含量无明显差异。因此，在人工老化后单层氧化锆冠的断裂强度高于双层氧化锆-饰瓷冠，且表面处理不影响单层氧化锆冠的断裂强度。

1. 引言

随着美学需求的增加，无金属修复体不断发展¹。口腔陶瓷材料具有许多良好的特性，包括生物相容性和出色的模拟天然牙光学特性的潜力^{2,3}。然而，对后牙全瓷冠和固定桥临床生存率的评估揭示了这类修复体较脆弱，容易发生不同模式的断裂⁴⁻⁶。因此，人们尝试用各种方法提高全瓷修复体的断裂强度，包括使用钇稳定的四方相氧化锆（Y-TZP），这种材料具有较高的抗弯强度⁷，因此可以用于为高咀嚼负荷的区域制作局部固定桥⁸。

然而，全瓷冠的强度不仅依赖于基底材料，还与饰瓷材料密切相关，因此，具有高强度 Y-TZP 基底和透明且脆性高的饰瓷结构的双层修复体往往会过早失败。此外，这类双层修复体还存在制作步骤多、饰瓷材料韧性低、饰瓷与基底结合性差等缺点⁶。因此，氧化锆-饰瓷修复体虽然很少发生基底断裂，但饰瓷的崩脱或开裂却是最常见的并发症⁹⁻¹²。单层氧化锆修复体的五年临床存活率可高达 79-100%¹³⁻¹⁵，而粉浆堆塑工艺制作的双层氧化锆-饰瓷冠中，崩瓷是最常见的失败类型^{16,17}。

使用全解剖式的单层结构代替饰瓷-基底的双层结构是避免所有双层系统缺点的选择之一⁶。单层二硅酸锂陶瓷在湿环境下的抗断裂性能较好¹⁸，其疲劳载荷强度高于饰瓷的 Y-TZP 冠¹⁹。

单层氧化锆修复体具有更好的机械稳定性，有着更大的适用范围。然而，其磨损性能和化学稳定性尚未得到充分研究。氧化锆晶体在不同温度下呈现三种不同的晶相：从室温到 1170°C 为单斜相；1170°C 到 2370°C 为四方相；在温度高于 2370°C 时为立方相。烧结后冷却时，该材料的体积膨胀为 3-5%，这与四方相向单斜相转变有关。尽管如此，许多氧化物如钙（CaO）、镁（MgO）、钇（Y₂O₃）、铈（CeO₂）可以作为稳定剂加入到氧化锆中，以加强室温下四方相的稳定性和材料的强度^{20,21}。

稳定剂的浓度对材料的疲劳性能起着决定性的作用，添加 2-3mol% 的 Y₂O₃ 可以使部分四方相氧化锆变得稳定，是“相变增韧”效应中最重要的成分²²，该机制也与氧化锆优越的

Deborah Pacheco Lameira¹
Wilkens Aurélio Buarque e Silva¹
Frederico Andrade e Silva¹
Grace M. De Souza²

¹ 坎皮纳斯大学牙科学院修复与牙周病学系 (UNICAMP)
13414-903 Piracicaba
SP / 巴西

² 多伦多大学牙科学院临床科学系
124 Edward Street, Toronto
ON / 加拿大

通讯作者:

Grace M. De Souza
grace.desouza@dentistry.
utoronto.ca

机械性能有关,因为在局部应力下,氧化锆可能发生由四方相到单斜相的相变,随后局部体积增加约4-5%,从而抑制裂纹扩展^{9,23}。然而,正是锆基材料的亚稳态性质,使其在室温下容易发生不利的相变,这种现象被称为“低温降解”(LTD)^{24,25}。接触水的表面晶粒通过不受控制的、缓慢的从四方相向单斜相的转变而发生老化,造成表面粗糙及微裂纹的形成,进而使水渗透到材料内部,导致进一步的相变,并因此造成机械强度下降^{24,26}。

老化过程可能会导致锆基修复体的钇损失,并可能使四方相的稳定性下降,导致无法控制的四方-单斜相相变²⁷。据推测,其机制是水(H_2O)和钇(Y_2O_3)反应生成氢氧化钇($Y(OH)_3$),导致稳定剂持续排出,使局部转化为单斜相^{21,28}。除了关于老化的争议外,基于临床失败主要发生在饰瓷的情况²⁹,许多学者就用解剖式全氧化锆修复代替基底-饰瓷双层结构进行了讨论。尽管这种方法通过消除修复体中的脆弱部分(饰瓷层)来减少早期断裂的可能性,但却需要关注相变问题,因为在咀嚼载荷下直接与唾液接触可能会加剧水的渗透和裂纹的扩展。

因此,本研究的目的是比较抛光或上釉Y-TZP单层氧化锆和加饰瓷的Y-TZP双层冠经过长时间人工老化后的断裂强度和破坏模式,同时还对人工老化后单层氧化锆冠中钇的含量进行了研究。零假设为:单层或双层设计对氧化锆冠老化后的断裂强度没有影响。

2. 材料和方法

2.1 样本制备。本研究使用了32个健康的牛切牙,并使用车床(Magnum-Cut; FEL-2680 GZJ)按以下标准进行了标准化的牙体预备:骀面直径4.2mm,颈部直径6.0mm,轴向高度7.0mm(图1)。所有轴壁聚合度为 8° ,边缘终止线预备为圆钝的直角肩台。预备体内线角使用细粒金刚砂车针(KG Sorensen)修整抛光。



图1 标准全冠预备后的牛切牙。

根据牙冠的制作方式,标本被随机分为3组($n=10$): PM组:抛光单层氧化锆冠组(1.5mm厚); GM组:上釉单层氧化锆冠组(1.5mm厚); BL组:手工饰瓷+氧化锆基底冠组(基底0.8mm厚;饰瓷0.7mm厚)。此外,PM组和GM组还各有一个牙冠用于电子探针显微分析(EPMA),以测量老化后的钇含量。

所有预备体均使用非接触式光学三维扫描设备(Lava™ Scan系统扫描仪,3M ESPE)进行扫描。所有的氧化锆冠和基底的设计均由同一名Lava™扫描设计系统的技术人员完成,然后,使用Lava™ CNC 500切削设备(3M ESPE)对氧化锆块(单层冠材料为Lava™ Plus,双层冠基底材料为Lava™ Frame)进行切削。之后,所有的基底和单层冠在结晶炉(Lava™ Furnace 200)内烧结约11小时。烧结完成后,PM组氧化锆冠使用金刚砂轮和鬃毛刷(Brasseler;牙科器械)抛光,GM组则进行上釉处理。为了保证BL组冠的厚度也为1.5mm,制取了PM组冠的硅橡胶印模引导BL组饰瓷。在BL组,使用了Lava™ Ceram饰瓷粉(3M ESPE),通过粉浆堆塑技术进行饰瓷,并通过在不同位置用数字卡尺测量冠的厚度来不断检查确认饰瓷厚度和最终冠的轮廓,烤瓷烧结周期由经验丰富的牙科技师控制以确保冠具有标准化的尺寸。

超声水浴(Bransonic超声清洗器3510E-DTH,Branson)清洗牙冠10分钟,每组的10个样本分别用自酸蚀磷酸基粘接树脂(RelyX™ Unicem 2 Automix; 3M ESPE)粘接在预备体上。粘接后,按照制造商的说明设置静载荷 $5kg^{11,30}$ 7分钟。用于化学分析的冠则使用临时粘接剂粘接(RelyX™ Temp NE; 3M ESPE)。

2.2 样本老化树脂粘接后,将样本存储于 $37^\circ C$ 蒸馏水24小时,之后进行人工老化实验: $80N$, $37^\circ C$,人工唾液,循环250万次³¹。使用咀嚼运动模拟器CS-4(SD Mechatronik)进行0.2mm的垂直位移和0.5mm的水平(骀面)位移的模拟运动。使用羟基磷灰石成分的压头(直径3mm)来模拟对颌牙的釉质,每个样本更换一个新的压头³²。

2.3 断裂强度测试将老化后的标本固定于万能力学实验机(Instron;型号8501)上,在去离子水浴、室温条件下,用直径5mm的球形压头(不锈钢)以0.5mm/分钟的速度在冠骀面施加压缩载荷,直至冠断裂,测量最大断裂载荷。当发生肉眼可见裂纹、载荷突然下降、听到崩瓷或碎裂的声音时即认为发生断裂。

2.4 断裂模式分析断裂的样本经过肉眼检查被分为全冠或基底断裂、饰瓷断裂以及基底-饰瓷界面断裂。从每种断裂模式中取一个典型的样本,用碳胶带和胶态银漆固定于观察台上,喷金,置于扫描电子显微镜(SEM)下观察。

2.5 表面成分分析。对 PM 组和 GM 组中各一个样品进行钇含量的定量分析。从磨损的咬合面（殆面窝）起至牙冠最内处共取 10 个点，另在 PM 组未断裂表面远离载荷处取点，使用电子探针显微分析（EPMA）进行化学成分分析（电子微探针 camera SX-50/51 DCI 1300 DLL），离源角 40°，束流能量 15keV。

2.6 统计分析。使用 Windows SPSS 19.0（SPSS Inc.）软件分别对断裂强度和钇含量进行了统计分析。采用单因素方差分析（ANOVA）和 Tukey 法检验比较均数和标准差（SD），置信区间为 95%。

3. 结果

3.1 断裂强度。所有冠在人工老化咀嚼模拟实验中均保存完好。单因素方差分析表明，各组间的断裂强度具有显著性差异（ $P=0.002$ ，表 1）。抛光单层冠组（ $PM=3492.5\pm748.2N$ ）与上釉单层冠组（ $GM=3344.7\pm1159.4N$ ）的结果相似（ $P=0.930$ ），均显著（ $P=0.002$ ）高于饰瓷-基底双层冠组（ $BL=2051.8\pm764.7N$ ，表 2）。

3.2 断裂类型分析。PM 组和 GM 组破坏模式均为全冠断裂（图 2），BL 组所有标本均为基底-饰瓷界面断裂、未见基

表 1: 断裂强度的单因素方差分析，结果显示各组间存在显著性差异。

分组	平方和	df	均方	F	P
组间	12563505.80	2	6281752.900	7.571	0.002
组内	22401284.20	27	829677.193		
总计	34964790.00	29			

表 2: 各组平均断裂强度和 Tukey 法检验结果（显著性水平 95%）。

实验组	断裂强度 (N)	标准差	Tukey (P=0.05)
抛光单层冠 (PM)	3492.5	748.21	a
上釉单层冠 (GM)	3344.7	1159.45	a
饰瓷-基底 双层冠 (BL)	2051.8	764.76	b*

* 实验组间有统计学差异 ($P=0.002$)

底断裂。

PM 组和 GM 组的断裂表面形貌分析表明，裂纹的扩展方向是从咬合面到修复体中心；根据破坏形态，锯齿和直线垂直于裂纹起点（图 3）。在 BL 组中，断裂的形貌分析表明，临界破坏位于崩瓷表面的中间、饰瓷层的内部（图 4）。

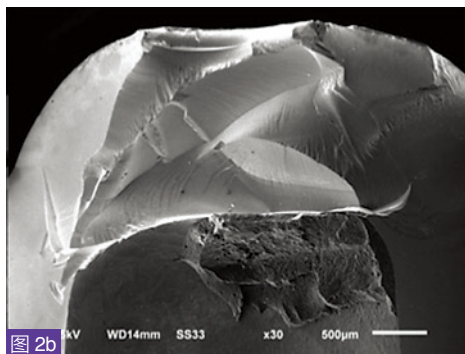
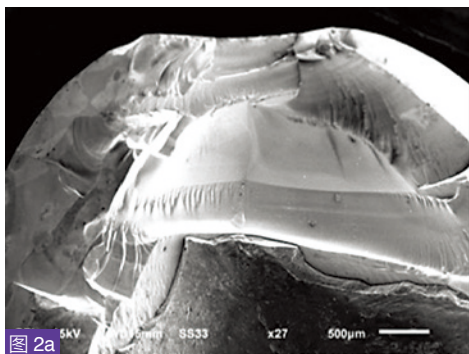


图 2: 抛光单层冠 (PM) (2a×27) 和上釉单层冠 (GM) (2b×30) 断裂样本的整体扫描电镜影像。

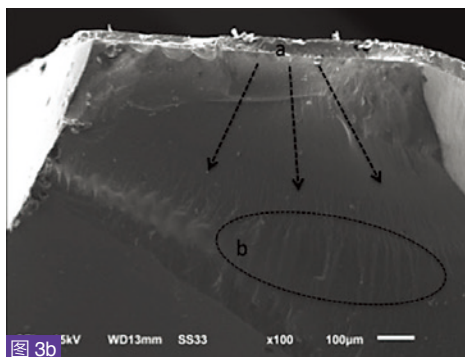
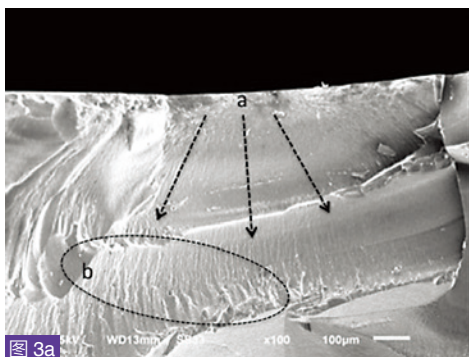


图 3: 抛光单层冠 (PM) 3a 和上釉单层冠 (GM) 3b 断裂样本的 SEM 局部放大影像。可见二者断裂机制相似，裂纹扩展（箭头）从咬合面 (a) 开始，并可观察到垂直于裂纹原点的锯齿和直线 (b)。