

热压铸法与涂塑法金瓷结合强度对比性实验研究

王 洁,王瑞霞,光寒冰,邱 憬,王国平*

(南京医科大学口腔医学研究所,江苏 南京 210029)

[摘要] 目的:比较烤瓷合金通过热压铸法和涂塑法制备饰面瓷的金瓷结合强度。方法:制作钴铬合金(Co-Cr)、金铂合金(Au-Pt)铸件各 12 个,将 InLinePoM 压铸瓷块及 VMK95 瓷粉分别应用热压铸法和涂塑法制备在铸件表面,热压铸组(PoM)包括(A1 组 PoM/Co-Cr,A2 组 PoM/Au-Pt),涂塑组(VMK95)包括(B1 组 VMK95/Co-Cr,B2 组 VMK95/Au-Pt),测试各组剪切强度,分析界面断裂模式,以扫描电镜(SEM)观察金瓷结合界面形貌并进行能谱分析(EDS)。结果:PoM 组金瓷结合强度高于 VMK95 组,同种饰面瓷加工方式 Au-Pt 组金瓷结合强度高于 Co-Cr 组,扫描电镜观察可见 PoM 组较 VMK95 组金瓷结合界面孔隙少,两组断裂方式均以混合破坏为主。结论:热压铸法在烤瓷合金表面制作饰面瓷金-瓷结合力更强。

[关键词] 热压铸法;饰面瓷;结合强度

[中图分类号] R783.1

[文献标志码] A

[文章编号] 1007-4368(2013)12-1795-05

doi:10.7655/NYDXBNS20131242

A comparison of the Shear bond strengths of pressed and layered veneering ceramics to metal alloy

Wang Jie, Wang Ruixia, Guang Hanbing, Qiu Jing, Wang Guoping*

(Institute of Stomatology, NJMU, Nanjing 210029, China)

[Abstract] **Objective:** The purpose of this study was to evaluate the shear bond strengths of heat-pressed and layered ceramics with regard to their corresponding metal alloy. **Methods:** 12 Co-Cr alloy and 12 Au-Pt alloy specimens were cast and divided into 2 groups ($n = 6$). Metal specimens were veneered with ceramics to produce shear test specimens; experimental groups: PoM (A1: PoM/Co-Cr, A2: PoM/Au-Pt) and two control groups: VMK95 (B1: VMK95/Co-Cr, B2: VMK95/Au-Pt). Shear bond strength testing was conducted in a universal testing machine, and the failure strengths were recorded. SEM was utilized to analyze the metal-porcelain interface. **Results:** Bond strength of PoM groups was significantly higher than that of VMK95 groups and all the groups displayed mixed failure mode. SEM revealed morphologically that in the PoM groups, the veneer layer contacted more closely and tightly to the alloy, and fewer pores were shown in the interface. **Conclusion:** Heat-pressed Technique shows greater bond strength between metal and the veneering porcelain.

[Key words] Heat-pressed Technique; veneering porcelain; bond strength

[Acta Univ Med Nanjing, 2013, 33(11): 1795-1799]

长期的临床数据表明,金瓷修复体已经成为口腔固定修复的首选,因其较高的机械强度和良好的美学性能广泛应用于临床^[1-2]。目前金属表面饰面瓷的制备主要采用将瓷粉与液体混合后涂布于基底上进行烧结的传统涂塑法。为了补偿烧结冷却过程中产生的体积收缩,往往需要过量堆塑饰瓷粉浆,且这项技术对技工水平要求较高,需要反复多次涂

塑烧结。

热压铸法现主要应用于全瓷修复体的制作,近几年随着新型金属铸压陶瓷的出现,该方法亦被应用于金属表面饰瓷的制备^[3-5]。将具有解剖形态的成品牙冠蜡型置于金属基底表面,安插铸道后包埋。蜡型在烧结过程中气化消失后形成型腔,陶瓷材料在高温、高压下注入型腔并烧结于金属基底表面,复制蜡型的形态获得所需的牙体形态。该方法将涂塑法带来的烧结收缩最小化,使得修复体边缘密合性更好^[6-7]。且由于一次成形避免了反复烧结过程,

[基金项目] 江苏高校优势学科建设工程资助项目(2011-137)

*通信作者(Corresponding author),E-mail:wgp304506@126.com

降低了人工引起的不稳定因素。由于包埋材料的支持作用也相应减少了金属在饰瓷烧结制作过程中可能产生的形变^[6]。

金瓷修复体成功的关键是金属基底与陶瓷材料间形成的可靠结合。金瓷结合强度成为评价金瓷修复体、制作材料及其加工工艺的一个重要指标,在一定程度上反映出修复体的强度和耐久性。本实验旨在通过剪切实验比较两种方法制备饰面瓷的结合强度,为临床应用提供参考。

1 材料和方法

1.1 材料

AC17 贵金属(Allidental 公司,瑞典),主要成分为: Au:86%;Pt:11.8%;Girobong nbsCo-Cr 合金(Girrbach 公司,德国)主要成分为:Co:62.4%,Cr:25.5%;IPSnLinePoM (Ivoclar 公司,德国),VMK95 (Vita 公司,德国),烤铸一体烤瓷炉(EP3000,Ivoclar Vivadent AG 公司,列支敦士登),万能力学实验机(Instron 3365,ElectroPuls 公司,美国),双笔式喷砂机,电子扫描显微镜/能谱仪(环境扫描电镜 XL-30

SEM/EDS, Philips 公司,荷兰)。

1.2 方法

1.2.1 剪切试件制备与实验分组

铸造 10.0 mm × 10.0 mm × 1.0 mm 的 Co-Cr 合金及 Au-Pt 合金铸件各 12 个(保留铸道便于包埋固定)。将实验面用碳化钨磨头进行粗打磨,再依次用 300、600、1 000、1 200 目金相砂纸磨平、抛光、蒸馏水超声清洗。Co-Cr 合金铸件用粒径 110 μm 氧化铝喷砂(压力 0.30 MPa,喷砂机头距标本 10 mm,时间 10 s),Au-Pt 合金用粒径 50 μm 氧化铝喷砂(压力 0.20 MPa,喷砂机头距标本 10 mm,时间 10 s)钝化处理,蒸馏水超声清洗 10 min,吹干后将 Co-Cr 合金在 1 040℃温度下真空放置 2 min,根据厂家说明再喷砂处理(条件同上),Au-Pt 合金在 1 010℃温度下大气下放置 2 min 后真空下放置 2 min,Aurocid (Bego 公司)酸蚀,全部试件处理完成后蒸馏水超声清洗 10 min,吹干备用。整个过程保护试件结合面,以防污染。将金属试件分为 A1、A2、B1、B2 组分别以热压铸法和涂塑法制备约 1.5 mm 厚的饰面瓷层(每组 6 个试件,分组情况见表 1)。

表 1 分组情况简介

Table1 Description of the four groups

组别	金属基底	饰面瓷	饰面瓷加工工艺
A1	Co-Cr 合金	Inline PoM	应用特制模具,在试件中份先涂布烧结两薄层遮色瓷(厂家配套),层约 0.15 mm 厚,然后采用失蜡法热压铸工艺制作 4.0 mm × 4.0 mm × 1.5 mm 饰面瓷,操作严格按照厂家提供说明书
A2	Au-Pt 合金	Inline PoM	同上
B1	Co-Cr 合金	VMK95 瓷粉	应用特制模具,在试件中份涂布遮色瓷烧结两层约 0.15 mm,再涂塑饰面瓷进行烧结,使用游标卡尺控制试件尺 4.0 mm × 4.0 mm × 1.5 mm。
B2	Au-Pt 合金	VMK95 瓷粉	同上

1.2.2 剪切实验

将试件包埋于自凝树脂柱中,固定在特制不锈钢夹具上进行剪切结合强度测试,使金瓷界面恰好位于夹具孔边缘处,要求加载头紧贴于夹具机体侧壁,加载方向平行于金瓷结合界面,保证加载时剪切力作用于基底和饰面瓷结合界面处,测试速度 0.5 mm/min,记录最大载荷(F),并根据公式计算剪切结合强度值; $P = F/S$ 。式中 P 为结合强度(MPa),F 为结合破坏时的载荷值(N);S 为结合面积,即饰面瓷面积(mm²)。

1.2.3 界面破坏方式

肉眼观察断裂面,记录断裂模式:界面破坏(完全暴露金属基底);内聚破坏(在饰面瓷内部断裂,未

暴露金属基底);混合破坏(部分暴露金属基底,有残余的饰面瓷)。

1.2.4 扫描电镜观察

按照制作步骤每组额外制作电镜观察试件 1 个(4.0 mm × 4.0 mm × 1.0 mm 的金属铸件表面烧结 4.0 mm × 4.0 mm × 1.5 mm 的饰面瓷)。将观察界面用 400、800、1 200、1 500 目金相砂纸打磨成镜面,乙醇超声清洗,吹干,以扫描电镜观察界面形貌并在结合界面两侧 20 μm 范围内进行线扫描,进行元素能谱分析。

1.3 统计学方法

剪切强度用均数 ± 标准差($\bar{x} \pm s$)表示。统计学比较采用 t 检验, $P \leq 0.05$ 为差异有统计学意义。

2 结 果

2.1 剪切强度

各组试件的剪切强度见表 2, 断裂模式记录结果见表 3。根据统计学分析结果显示:PoM 组剪切强度高于 VMK95 组, 同种饰面瓷制作方式贵金属组剪切强度高于非贵金属组, 结果具有统计学差异($P < 0.05$)。

2.2 金-瓷结合界面的扫描电镜观察及能谱分析

表 2 各实验组剪切强度

Tab 2 Shear bond strength of each group
($n = 6, \bar{x} \pm s$)

组别	金属基底	剪切强度
A1 组	PoM/Co-Cr	40.73 ± 3.08
A2 组	PoM/Au-Pt	50.19 ± 3.68
B1 组	VMK95/Co-Cr	31.60 ± 2.14
B2 组	VMK95/Au-Pt	42.72 ± 3.47

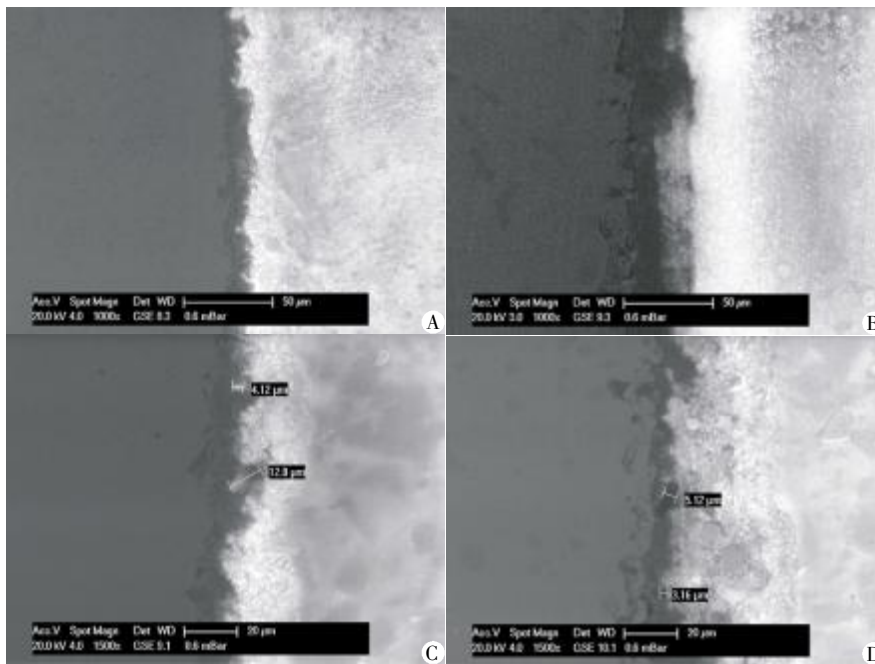
表 3 各实验组试件的断裂模式

Table3 Modes of fracture of each group (n)

组别	实验组	界面破坏	内聚破坏	混合破坏
A1 组	PoM/Co-Cr	0	1	5
A2 组	PoM/Au-Pt	0	1	5
B1 组	VMK95/Co-Cr	0	1	5
B2 组	VMK95/Au-Pt	0	0	6

扫描电镜观察可见金-瓷间有明显过渡层(图 1), PoM 组金瓷结合紧密, 无缝隙, 偶见气泡, 直径较小 2~4 μm 。VMK95 瓷粉组金瓷结合界面的气泡略多, 气泡大小差异较明显, 大气泡直径可达约 13 μm 。

能谱线扫描分析结果, 4 组试件烤瓷合金与陶瓷在结合界面元素均呈梯度分布, 分别向两侧扩散。Au-Pt 合金组可见发生扩散的主要元素为: Si、K、Al、O、Au 等, Co-Cr 合金侧扩散的主要元素主要有: Si、K、Al、O、Co、Cr 等(图 2)。



A: POM/Co-Cr; B: POM/Au-Pt; C: VMK95/Co-Cr; D: VMK95/Au-Pt.

图 1 金瓷结合界面的扫描电镜图像

Figure1 Typical SEM image of the interface of metal-ceramic bond

3 讨 论

烤瓷合金与陶瓷材料的良好的结合是获得金瓷修复体成功的关键, 以保证金瓷修复体在口腔功能运动过程中能承受各个方向的力, 而不会产生瓷层崩裂脱落。研究者设计各种实验方法来评估金瓷结合强度, 按照产生应力的性质可分为剪切测试, 拉伸测试, 剪切-拉伸复合测试, 弯曲以及扭转测试等, 每种方法都各有优缺点^[8-10]。但由于金瓷结合的复

杂性, 目前尚没有某种测试方法被公认能够完全真实地反映出金瓷之间的结合情况。本实验选择了国内外文献中常用的剪切实验, 关于该方法学者观点不一, 有学者认为该实验方法试件易于制作, 重复性好, 结合界面受力均匀^[11], 但也有学者认为该测试方法中断裂发生在结合界面某一侧的介质中, 而非真正发生在结合界面内, 导致了测试结果低于真实值^[12]。为了使加载力量作用于结合界面处, 本实验应用特制不锈钢夹具固定试件, 将金瓷界面恰好

使得陶瓷材料在金属表面高度润湿,金属及陶瓷材料接触后元素进行扩散,直致其饱和^[15]。本实验结果也显示,4 组试件均发生元素渗透,陶瓷材料中的 Al、Si、Na、K 向金属方向发生扩散,以及 Co-Cr 合金中的 Cr、Co、Au-Pt 中的 Au、Pt 向饰面瓷内微量扩散。本实验能谱分析可见 Au-Pt 合金组较 Co-Cr 合金组扩散范围深入。许多学者认为,金属和瓷间的结合主要依赖于界面处金属氧化膜的形成^[16]。因非贵金属表面常形成较厚的氧化层,而在金瓷界面处形成了夹层,阻碍残余应力的释放而降低了金瓷结合力^[17]。本实验结果也显示同种饰面瓷加工方式制备的贵金属 (Au-Pt) 试件剪切强度高于非贵金属 (Co-Cr) 试件。

本实验中 4 组界面断裂模式均以混合破坏为主,未见单纯界面破坏,显示两种方法制备的饰面瓷均可获得较好的金瓷结合,具有一定机械强度,原因分析可能为在剪切应力下饰面瓷产生微裂纹但不至于马上断裂,随着剪切强度的增强,微裂纹扩展到金属基底,并沿结合界面发生偏转或在饰面瓷内部扩展而最终引起饰面瓷折裂。有 2 例内聚破坏发生在 PoM 热压铸组,断裂发生在遮色瓷与体瓷之间,提示此处可能为结合薄弱环节。

[参考文献]

- [1] Fernando Z, Simona R, Roberto S. From porcelain-fused-to-metal to zirconia: Clinical and experimental considerations [J]. *Dental Materials*, 2011, 27(1): 83-96
- [2] De Backer H, Van Maele G, De Moor N, et al. Long-term results of short-span versus long-span fixed dental prostheses: an up to 20-year retrospective study [J]. *Int J Prosthodont*, 2008, 21(1): 75-85
- [3] Höland W, Schweiger M, Watzke R, et al. Ceramics as biomaterials for dental restoration [J]. *Expert Rev Med Devices*, 2008, 5(6): 729-745
- [4] Venkatachalam B, Goldstein GR, Pines MS, et al. Ceramic pressed to metal versus feldspathic porcelain fused to metal: a comparative study of bond strength [J]. *Int J Prosthodont*, 2009, 22(1): 94-100
- [5] Ishibe M, Raigrodski AJ, Flinn BD, et al. Shear bond strengths of pressed and layered veneering ceramics to highnoble alloy and zirconia cores [J]. *J Prosthet Dent*, 2011, 106(1): 29-37
- [6] Goldin EB, Boyd NW, Goldstein GR, et al. Marginal fit of leucite-glass pressable ceramic restorations and ceramic-pressed-to-metal restorations [J]. *J Prosthet Dent*, 2005, 93(2): 143-147
- [7] Holden JE, Goldstein GR, Hittelman EL, et al. Comparison of the marginal fit of pressable ceramic to metal ceramic restorations [J]. *J Prosthodont*, 2009, 18(3): 645-648
- [8] Sipahi C, Ozcan M. Interfacial shear bond strength between different base metal alloys and five low fusing feldspathic ceramic systems [J]. *Dent Mater*, 2012, 31(3): 333-337
- [9] 李振春, 王冬英, 邢文忠. 不同基底材料与饰面瓷结合力实验研究 [J]. *中国实用口腔科杂志*, 2011, 4(1): 33-35
- [10] Saito A, Komine F, Blatz MB, et al. A comparison of bond strength of layered veneering porcelains to zirconia and metal [J]. *J Prosthet Dent*, 2010, 104(4): 247-257
- [11] Della Bona A, van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic [J]. *J Dent Res*, 1995, 74(9): 1591-1596
- [12] Hammad IA, Talic YF. Designs of bond strength tests for metal-ceramic complexes: review of the literature [J]. *J Prosthet Dent*, 1996, 75(6): 602-608
- [13] 战德松, 王 强, 李 柘. 金属烤瓷合金的研究进展 [J]. *中国实用口腔科杂*, 2008, 1(2): 115-119
- [14] 张 钊, 陈树国, 李雅娟, 等. 烧结次数对金瓷冠微观结构的影响 [J]. *现代口腔医学杂志*, 2004, 18(4): 317-319
- [15] 崔 军, 巢永烈, 刘学恒, 等. 金-瓷结合界面与瓷-瓷结合界面的元素扩散 [J]. *实用口腔医学杂志*, 2010, 26(60): 743-746
- [16] Scolaro JM, Pereira JR, Valle AL, et al. Comparative study of ceramic-to-metal bonding [J]. *Braz Dent J*, 2007, 18(3): 240-243
- [17] Joias RM, Tango RN, Araujo De JEJ. Shear bond strength of a ceramic to Co-Cr alloys [J]. *J Prosthet Dent*, 2008, 99(1): 54-59

[收稿日期] 2013-05-09