

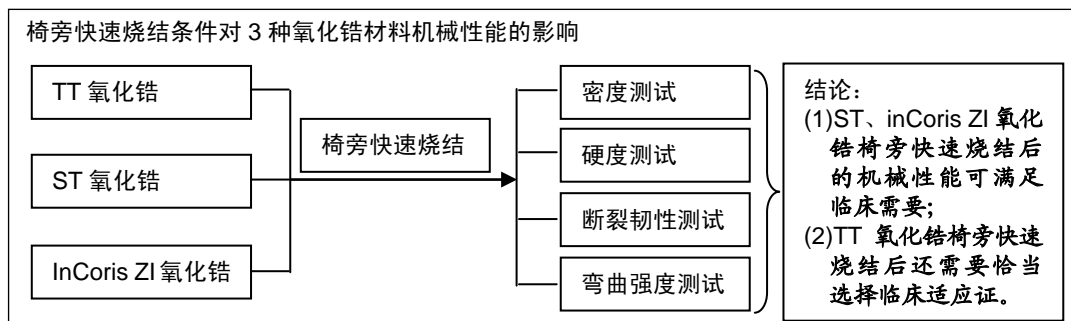
# 椅旁快速烧结条件下3种氧化锆机械性能的比较

王秋月, 冯驭驰(北京大学第一医院口腔科, 北京市 100034)

DOI:10.3969/j.issn.2095-4344.1555

ORCID: 0000-0003-0503-5715(王秋月)

文章快速阅读:



王秋月, 女, 1990年生, 北京市人, 汉族, 2017年首都医科大学毕业, 口腔修复学硕士, 医师, 主要从事牙科氧化锆机械性能研究。

通讯作者: 冯驭驰, 副主任医师, 北京大学第一医院口腔科, 北京市 100034

文献标识码:A

稿件接受: 2018-09-04



文题释义:

**氧化锆的椅旁快速烧结:** 氧化锆陶瓷在常规烧结条件下常需 8-10 h 才能达到高的强度及致密性, 而椅旁氧化锆快速烧结方式作为目前最新技术, 优化了烧结曲线, 通过提高升降温速率、缩短保温时间, 达到 10-15 min 的氧化锆快速烧结。

**牙科氧化锆陶瓷:** 氧化锆陶瓷是口腔临床常用的全瓷材料之一, 具备色泽稳定、导热性能低、生物相容性好、化学性能稳定、医学影像无干扰及耐磨耐腐蚀等特点, 是目前已报道的所有牙科陶瓷中机械性能最高的陶瓷, 现被广泛应用于前牙美学修复、后牙冠桥与种植修复等领域, 其加工方式为 CAD/CAM。

摘要

**背景:** 椅旁快速烧结作为目前最新技术, 只适用于个别种类氧化锆的烧结, 是否适用于其他氧化锆材料尚无研究报道。

**目的:** 研究椅旁快速烧结条件对 3 种氧化锆材料机械性能的影响。

**方法:** 将 TT、ST、inCoris ZI 三种氧化锆试件分别制备成标准试件, 在相同条件下进行椅旁快速烧结, 对烧结后的试件分别进行密度、硬度、断裂韧性及双轴弯曲强度的测试。

**结果与结论:** ①烧结后, TT、ST、inCoris ZI 氧化锆试件的密度分别为(5.966±0.001), (6.060±0.001), (6.031±0.001) g/cm<sup>3</sup>, 组间两两比较差异均有显著性意义( $P < 0.05$ ); ②烧结后, TT、ST、inCoris ZI 氧化锆试件的维氏硬度分别为(12.02±0.04), (12.90±0.05), (12.54±0.09) GPa, 组间两两比较差异均有显著性意义( $P < 0.05$ ); ③烧结后, TT、ST、inCoris ZI 氧化锆试件的断裂韧性分别为(4.87±0.07), (6.17±0.10), (6.42±0.08) MPa·m<sup>1/2</sup>, 组间两两比较差异均有显著性意义( $P < 0.05$ ); ④烧结后, TT、ST、inCoris ZI 氧化锆试件的双轴弯曲强度分别为(624.41±92.01), (966.01±58.86), (1 154.83±49.79) MPa, TT 氧化锆试件的双轴弯曲强度低于 ST、inCoris ZI 氧化锆试件( $P < 0.05$ ), ST、inCoris ZI 氧化锆试件的双轴弯曲强度比较无差异( $P > 0.05$ ); ⑤结果表明, ST、inCoris ZI 氧化锆椅旁快速烧结后的机械性能可满足临床需要, TT 氧化锆椅旁快速烧结后还需要恰当选择临床适应证。

关键词:

口腔材料; 椅旁快速烧结; 氧化锆; 维氏硬度; 断裂韧性; 双轴弯曲强度

主题词

牙瓷料; 硬度; 组织工程

中图分类号: R459.9; R318.08

## Mechanical properties of three kinds of zirconia ceramics under chairside rapid sintering

Wang Qiuyue, Feng Yuchi (Department of Stomatology, Peking University First Hospital, Beijing 100034, China)

Abstract

**BACKGROUND:** As an emerging technology, chairside rapid sintering only makes sure that individual zirconia can achieve perfect performance, but there is no report on whether it is applicable for the other zirconia ceramics.

**OBJECTIVE:** To explore the effect of chairside rapid sintering on the mechanical properties of three kinds of zirconia ceramics.

**METHODS:** Standard specimens of TT, ST and inCoris ZI zirconia undertook chairside rapid sintering. The density, hardness, fracture toughness and biaxial bending strength were measured.

**RESULTS AND CONCLUSION:** The density value of TT, ST and inCoris ZI after sintering was (5.966±0.001), (6.060±0.001), and (6.031±0.001) g/cm<sup>3</sup>, respectively, and there were significant differences between groups ( $P <$

Wang Qiuyue, Master, Physician, Department of Stomatology, Peking University First Hospital, Beijing 100034, China

Corresponding author: Feng Yuchi, Associate chief physician, Department of Stomatology, Peking University First Hospital, Beijing 100034, China

0.05). The Vickers hardness of TT, ST and inCoris ZI after sintering was (12.02±0.04), (12.90±0.05) and (12.54±0.09) GPa, respectively, and significant differences appeared between groups ( $P < 0.05$ ). The fracture toughness of TT, ST, and inCoris ZI after sintering was (4.87±0.07), (6.17±0.10), and (6.42±0.08) MPa·m<sup>1/2</sup>, respectively, and there were significant differences between groups ( $P < 0.05$ ). The biaxial bending strength of TT, ST, and inCoris ZI after sintering was (624.41±92.01), (966.01±58.86), and (1 154.83±49.79) MPa, respectively. The biaxial bending strength of TT was significantly lower than that of ST and inCoris ZI ( $P < 0.05$ ), but there was no significant difference between ST and inCoris ZI ( $P > 0.05$ ). Therefore, the mechanical properties of ST and inCoris ZI under chairside rapid sintering can meet the clinical requirements, while TT needs to meet proper clinical indications.

**Subject headings:** Dental Porcelain; Hardness; Tissue Engineering

## 0 引言 Introduction

全瓷修复技术具有良好的生物相容性、化学稳定性及美学性能, 现已成为一种理想的口腔修复方式<sup>[1-5]</sup>。其中氧化锆陶瓷因其卓越的机械性能, 成为目前修复临床与科研中的热门材料<sup>[6-9]</sup>。但以往氧化锆陶瓷在切削后常需十余小时的结晶过程才能达到高的强度及致密性, 无法满足椅旁修复的需要, 因此不作为椅旁修复材料<sup>[10]</sup>。目前已出现可以椅旁快速结晶的氧化锆材料, 同时有厂家推出了氧化锆快速烧结炉, 可在10-15 min完成氧化锆冠桥的烧结, 极大缩短了氧化锆材料的烧结时间, 真正实现了患者一次就诊即可完成整个诊疗过程。

椅旁氧化锆快速烧结方式是目前最新的技术, 由Sirona公司研发, 于2017年1月开始推广于中国大陆, 它可保证inCorisTZI C等个别椅旁快速结晶氧化锆瓷块烧结后具有良好的性能。与此相关的研究较少, 但有研究表明椅旁快速结晶氧化锆高温快速烧结后, 可获得极高的挠曲强度<sup>[11]</sup>。另有学者对椅旁快速烧结后透明氧化锆的微观结构、半透明性及磨损性进行了比较<sup>[12]</sup>, 但这种烧结方式对传统氧化锆材料的性能是否有影响鲜有报道。实验旨在探究这种烧结方式是否适用于临床常用氧化锆材料, 显著缩短氧化锆修复体的烧结时间, 这将对缩短患者就诊时间、降低就诊频次、提高医生工作效率有重要意义。因此, 实验选取3种临床常用氧化锆为研究对象, 分别进行椅旁快速烧结, 通过对所测机械性能指标进行比较, 评价3种氧化锆的性能。

## 1 材料和方法 Materials and methods

### 1.1 设计 单因素方差分析实验。

1.2 时间及地点 实验于2017年12月至2018年5月在首都医科大学附属北京口腔医院材料研究室完成。

1.3 材料 国产氧化锆瓷块TT(A2色, 深圳爱尔创医疗服务有限公司, 中国); 国产氧化锆瓷块ST(A2色, 深圳爱尔创医疗服务有限公司, 中国); 进口氧化锆瓷块inCoris ZI (A2色, Sirona公司, 德国); 碳化硅砂纸逐320-2000目(苏州特鲁利电子材料有限公司, 中国); IsoMet HS高速精密切割机(Buehler, 美国); CEREC SpeedFire烧结炉(Sirona公司, 德国); CEREC CAD/CAM系统(Sirona公司, 德国); 电子数显卡尺(精度0.01 mm, 无锡锡工量具有限公司, 中国); JJ300B分析天平(江苏常熟市双杰测试仪器厂, 中国); AG-X plus万能试验机(岛津公司, 日本); HBV-30A维氏硬度计(莱州华银试验仪器有限公司, 中国)。

### 1.4 实验方法

1.4.1 试件的制备与分组 将TT、ST、inCoris ZI氧化锆瓷块用精密切割机切割成圆片试件, 保证烧结后尺寸为直径12.0 mm、厚度1.2 mm, 见图1, 2。每种氧化锆瓷块样本25个。

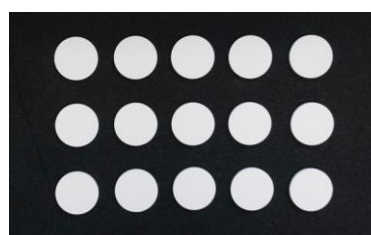


图1 制备好的氧化锆圆片试件  
Figure 1 Prepared discs of zirconia



图注: 烧结前厚度为 1.51 mm, 烧结后厚度为 1.20 mm, 烧结前直径为 15.03 mm, 烧结后直径为 12.00 mm。

图2 烧结前后氧化锆圆片试件的厚度与直径

Figure 2 Thickness and diameter of zirconia samples before and after sintering

1.4.2 试件的烧结 将制备好的TT、ST、inCoris ZI氧化锆试件置于CEREC SpeedFire烧结炉中, 按照预设的椅旁快速烧结程序烧结, 烧结温度1 578 °C, 烧结时间13.5 min。具体烧结程序, 见图3。

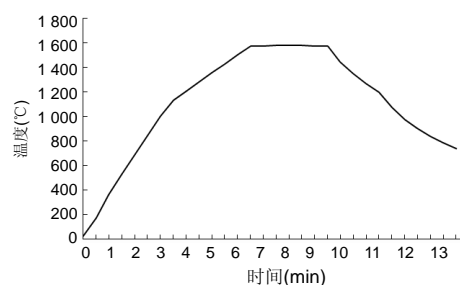


图3 氧化锆陶瓷椅旁快速烧结曲线图

Figure 3 Curve of zirconia chairside rapid sintering

**1.4.3 密度测试** 采用Archimedes法进行密度测定。随机取3组烧结后的试件各5个，置于(100±5) °C烘箱中干燥，并在干燥器中冷却至室温称质量，测得室温下的干质量( $m_1$ )，精确到0.001 g。然后将试件放入沸水中煮沸至少2 h，当冷却到室温后，称量饱和试件在水中的浮质量( $m_2$ )。将其从水中取出，用饱含水的多层纱布将试件表面多余的水分轻轻擦掉后，迅速称量饱和试件在空气中的湿质量( $m_3$ )，实验重复3次，取均值。公式： $d=m_1 \times \rho / (m_3 - m_2)$ 。d为所测试氧化锆试件的体积密度； $\rho$ 为水在室温下的密度，取0.998 2 g/cm<sup>3</sup>(20 °C)。

**1.4.4 维氏硬度测定** 随机取各组烧结后的试件各5个，根据ISO-14705: 2008, MOD标准<sup>[13]</sup>，保持测试面与底面平行，将测试面用砂纸逐级打磨抛光，至2 000目。再用W3.5研磨膏，在机械软布上抛光至镜面。实验温度：10-35 °C室温。采用维氏硬度仪测量各试件的维氏硬度，加载负荷为196 N，保持15 s<sup>[14]</sup>，保证压痕的4个尖端均有裂纹出现，且试件无碎片溅出，于每个试件的不同部位分别采样 5 次，取平均值。计算公式： $H_v=1.854 4 P / (2a)^2$ ， $H_v$ 为维氏硬度(GPa)，P为加载载荷(N)，2a为压痕两对角线的均值(mm)。

**1.4.5 断裂韧性测定** 随机取各组烧结后的试件各5个，采用压痕法测定试件的断裂韧性。裂纹由维氏硬度仪的金刚石压头引发，计算公式为： $K_{IC}=0.319P/a^{1/2}$ ，P为压力(196 N)，a为压痕对角线的一半(mm)，l为裂纹长度(mm)。

**1.4.6 弯曲强度测定** 取3组烧结后试件各10个，在30-40 μm金刚石磨片上研磨，用15-20 μm金刚石磨片抛光，确保试件两相对面互相平行，平行度误差< 0.05 mm，彻底清洗。根据ISO6872: 2008标准<sup>[15]</sup>，采用双轴弯曲实验测定强度。将试件放置于测试装置上，装置上部为三半球支柱，围成一个直径为12 mm 的圆，半球直径为4 mm，半球间夹角为120°。在试件与半球间放置厚度为0.05 mm的塑料薄片，将圆片试件放置于万能试验机底座上，压力由直径为1.4 mm的圆形钢头加载，传感器为2 kN，以1 mm/min的速度加载直至断裂，记录断裂载荷，精确至 0.1 N。计算每个试件的双轴弯曲强度，公式 $\sigma=-0.238 7P(X-Y)/b^2$ 。式中， $\sigma$ 为最大中心拉应力(MPa)，P为断裂总载荷(N)，b为断裂处试件厚度(mm)， $X=(1+v)\ln(r_2/r_3)^2+[(1-v)/2](r_2/r_3)^2$ ， $Y=(1+v)[1+\ln(r_1/r_3)^2]+(1-v)/(r_1/r_3)^2$ 。v为泊松比取值0.25， $r_1$ 为支撑环半径(mm)， $r_2$ 为载荷区半径(mm)， $r_3$ 为试件半径(mm)。

**1.5 主要观察指标** 各组试件烧结后的密度、硬度、断裂韧性及双轴弯曲强度。

**1.6 统计学分析** 使用SPSS 19.0统计软件进行统计分析。采用 $\bar{x} \pm s$ 进行统计描述，采用单因素方差分析比较各组参数的差异。 $\alpha=0.05$ 为检验水准。

## 2 结果 Results

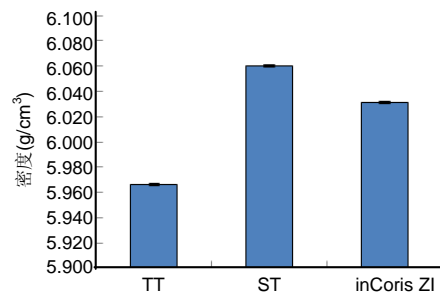
**2.1 各组氧化锆试件烧结后密度测试结果** 见表1。

表 1 各组氧化锆试件烧结后的密度测试结果 (g/cm<sup>3</sup>)

Table 1 Results of density test of each zirconia ceramics after sintering

样本编号	TT 氧化锆	ST 氧化锆	inCoris ZI 氧化锆
1	5.965	6.059	6.030
2	5.965	6.059	6.031
3	5.966	6.060	6.031
4	5.967	6.061	6.032
5	5.967	6.061	6.032

TT、ST、inCoris ZI氧化锆试件的平均密度分别为(5.966±0.001)，(6.060±0.001)，(6.031±0.001) g/cm<sup>3</sup>，3组试件密度比较为：ST > inCoris ZI > TT，3组间平均密度比较差异有显著性意义( $F=12 885.630$ ， $P < 0.05$ )，见图4。



图注：3 种氧化锆试件平均密度组间两两比较差异均有显著性意义( $P < 0.05$ )。

图 4 各组氧化锆试件烧结后的平均密度

Figure 4 Average density of each zirconia sample after sintering

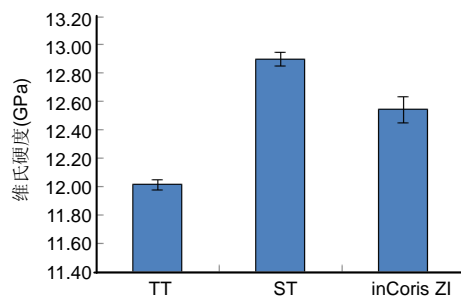
**2.2 各组氧化锆试件烧结后维氏硬度测试结果** 见表2。

表 2 各组氧化锆试件烧结后的维氏硬度测试结果 (GPa)

Table 2 Results of Vickers hardness of each zirconia ceramics after sintering

样本编号	TT 氧化锆	ST 氧化锆	inCoris ZI 氧化锆
1	11.97	12.84	12.44
2	12.00	12.88	12.47
3	12.02	12.90	12.54
4	12.02	12.91	12.60
5	12.07	12.97	12.67

TT、ST、inCoris ZI氧化锆试件的维氏硬度分别为(12.02±0.04)，(12.90±0.05)，(12.54±0.09) GPa。3组试件维氏硬度比较为ST > inCoris ZI > TT，3组间维氏硬度比较差异有显著性意义( $F=239.117$ ， $P < 0.05$ )，见图5。



图注：3 种氧化锆试件维氏硬度组间两两比较差异均有显著性意义( $P < 0.05$ )。

图 5 各组氧化锆试件烧结后的维氏硬度

Figure 5 Vickers hardness of each zirconia sample after sintering



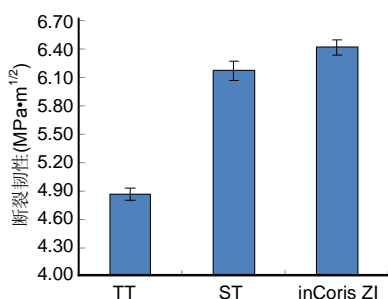
### 2.3 各组氧化锆试件烧结后断裂韧性测试结果 见表3。

表3 各组氧化锆试件烧结后的断裂韧性测试结果 (MPa·m<sup>1/2</sup>)

Table 3 Results of fracture toughness of each zirconia sample after sintering

样本编号	TT 氧化锆	ST 氧化锆	inCoris ZI 氧化锆
1	4.81	6.24	6.35
2	4.81	6.24	6.35
3	4.87	6.25	6.39
4	4.90	6.05	6.49
5	4.97	6.07	6.52

TT、ST、inCoris ZI氧化锆试件的断裂韧性分别为(4.87±0.07), (6.17±0.10), (6.42±0.08)MPa·m<sup>1/2</sup>。3组试件断裂韧性比较为: inCoris ZI > ST > TT, 3组间维氏硬度比较差异有显著性意义( $F=491.648, P < 0.05$ ), 见图6。



图注: 3种氧化锆试件断裂韧性组间两两比较差异均有显著性意义( $P < 0.05$ )。

图6 各组氧化锆试件烧结后的断裂韧性

Figure 6 Fracture toughness of each zirconia sample after sintering

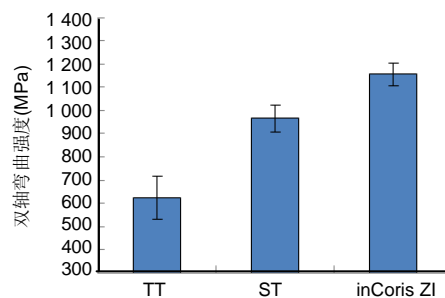
### 2.4 各组氧化锆试件烧结后双轴弯曲强度测试结果 见表4。

表4 各组氧化锆试件烧结后的双轴弯曲强度测试结果 (MPa)

Table 4 Results of biaxial bending strength of each zirconia sample after sintering

样本编号	TT 氧化锆	ST 氧化锆	inCoris ZI 氧化锆
1	367.64	695.41	879.30
2	385.97	729.92	927.75
3	398.83	814.62	1 099.68
4	460.14	886.54	1 114.48
5	477.29	997.32	1 165.31
6	507.01	1 000.39	1 206.29
7	568.05	1 032.30	1 218.18
8	866.98	1 039.43	1 261.77
9	1 080.57	1 225.12	1 283.73
10	1 131.58	1 239.05	1 391.85

TT、ST、inCoris ZI氧化锆试件的双轴弯曲强度分别为(624.41±92.01), (966.01±58.86), (1 154.83±49.79) MPa。TT氧化锆试件的双轴弯曲强度低于ST、inCoris ZI氧化锆试件( $P < 0.05$ ), ST、inCoris ZI氧化锆试件双轴弯曲强度比较无差异( $P > 0.05$ ), 见图7。



图注: TT氧化锆试件的双轴弯曲强度低于ST、inCoris ZI氧化锆试件( $P < 0.05$ )。

图7 各组氧化锆试件烧结后的双轴弯曲强度

Figure 7 Biaxial bending strength of each zirconia sample after sintering

## 3 讨论 Discussion

氧化锆陶瓷因其良好的生物相容性、理化性能及美学性能, 现已成为口腔固定修复的主要材料之一<sup>[16]</sup>。椅旁CAD/CAM数字化修复体具有良好的边缘适合性, 临床成功率较高<sup>[17-18]</sup>。但以往文献中介绍的椅旁可切削材料主要为长石质陶瓷、玻璃陶瓷和高性能聚合物等<sup>[10-19]</sup>, 鲜有氧化锆的报道。主要是因为氧化锆陶瓷烧结时间相对更长, 不能实现患者一次就诊就在椅旁完成修复的目标。所以若能缩短氧化锆的烧结时间, 同时保证烧结体仍具有良好的性能, 对于氧化锆及椅旁CAD/CAM的推广使用有积极作用。

氧化锆陶瓷在常规烧结条件下常需8-10 h才能达到高的强度及致密性。而椅旁氧化锆快速烧结方式作为目前最新技术, 优化了烧结曲线, 通过提高升降温速率、缩短保温时间, 达到10-15 min的氧化锆快速烧结。但该烧结方式目前报道只适用于SironainCoris TZI C氧化锆在CEREC SpeedFire中的烧结, 是否适用于其他氧化锆材料尚无研究报道。如果这种椅旁快速烧结方式能够普遍适用于其它临床常用的氧化锆材料, 则必将对氧化锆的临床广泛应用、对口腔医生的临床诊疗方式均具有重要的意义。因此此次实验研究对象选取3种, 其中TT、ST是国产材料中常用的两种氧化锆, 而inCoris ZI作为临床常用的进口氧化锆材料的同时, 也是与已经得到充分论证并推广使用的inCoris TZI C属于同一厂家的TZP型氧化锆, 探究椅旁快速烧结对3种氧化锆材料机械性能的影响。

材料的机械性能包括很多方面, 如弹性模量、压缩强度、弯曲强度、扭转强度、冲击强度、磨损性、疲劳、硬度、断裂韧性等。硬度指材料局部抵抗硬物压入其表面的能力, 是比较材料软硬、反映材料弹性以及塑性形变的特征指标, 陶瓷材料的高硬度属性可以减小修复体的厚度<sup>[20]</sup>。断裂韧性是材料在平面应变条件下, 张开型裂纹发生失稳扩散时临界应力强度因子, 它是表征材料抵抗裂纹扩展的指标, 反映了材料抵抗断裂的能力。同时, 它是评价陶瓷材料的力学性能、使用可靠性及选材的重要参数<sup>[21]</sup>。材料的强度包括弯曲强度、抗剪强度、压缩强度等, 而弯曲强度测试是评价陶瓷材料强度的常用实验方法<sup>[22]</sup>。弯曲强度是材料在弯曲应力作用

下受拉面断裂时的最大应力,反映材料抵抗弯曲变形的能力。此次实验仅对氧化锆试件进行了硬度、断裂韧性及弯曲强度测试,是因为这3项是牙科陶瓷最基本且最重要的机械性能指标。在牙科材料必须遵从的两个国际标准ISO6872和ISO14705中,规定的机械性能测试指标包括硬度、断裂韧性和弯曲强度。另外关于氧化锆烧结方面的研究,均通过测试硬度、断裂韧性及弯曲强度来体现陶瓷的机械性能<sup>[23-35]</sup>,因此此次实验选取此3项指标进行测试。此外,体积密度即材料在包含实体、开口和密闭孔隙的状态下单位体积的质量,能直接反映材料的致密程度。陶瓷材料的密度与力学性能密切相关,是重要的性能指标。测定烧结后陶瓷的密度越接近标准密度,说明致密程度越高。因此,此次实验对烧结后的试件进行密度测试。

根据ISO6872:2008标准<sup>[15]</sup>,用于双轴弯曲强度测试的氧化锆圆片试件直径为12 mm、厚为1.2 mm,而该试件可满足密度、维氏硬度、断裂韧性测试对材料尺寸的要求,因此设定研究中试件厚度1.2 mm。由于CEREC SpeedFire是CAD/CAM软件根据修复体不同厚度来调控个性化的烧结程序,所以在CEREC CAD/CAM系统中设定烧结后修复体的厚度为1.2 mm,进而驱动椅旁快速烧结曲线的生成及烧结程序的开始。再将实验试件置于烧结炉中,用同一程序完成3组氧化锆试件的烧结,以此保证椅旁快速烧结曲线的唯一性。

实验根据Archimedes定律,采用静水力学法测定烧结体的密度,以蒸馏水为介质。实验所用的氧化锆陶瓷属于软质氧化锆,是氧化锆瓷粉经过预烧结形成的低密度疏松多孔的瓷块,气孔率约为50%<sup>[36]</sup>。在二次烧结的过程中,温度达1 000 °C时开始发生聚合收缩,最终收缩量为原体积的25%。在烧结温度为1 350-1 550 °C、保温时间为2-5 h时条件下,烧结体密度可达氧化锆理论密度值的99%以上<sup>[37]</sup>。另有研究表明,氧化锆密度随温度升高而增加,当温度升至1 550 °C时达到最大,1 600 °C时密度有所下降<sup>[38]</sup>。较大的升温速率不利于坯体内气孔及时排除,导致密度有所降低<sup>[24, 38]</sup>。在实验氧化锆椅旁快速烧结过程中,1 133 °C以后的这段升温过程为氧化锆烧结的高温阶段,伴有氧化锆体积收缩,晶型大量转变。在此阶段,升温速率约为150 °C,远高于常规烧结升温速率及以往研究中的升温速率。高的升温速率会缩短氧化锆晶体的结晶时间,晶体之间的气体不能及时排除,孔隙略有增多。另外,1 578 °C较高的烧结温度,超过晶粒长大激活能,容易使晶粒过大或少数晶粒猛增,气孔来不及抵达晶界而保留在晶粒内,难以扩散排除,导致密度下降。研究中3组氧化锆烧结后密度为:TT < inCoris ZI < ST, 3组间比较差异有显著性意义,3者分别达到产品技术参数值的98.8%, 99.7%, 99.7%。说明在相同椅旁快速烧结条件下,inCoris ZI和ST氧化锆的致密度相对更高,虽然TT氧化锆的致密度较低,但仍然达到了致密烧结。

精细陶瓷材料常用的硬度测量方法有维氏硬度和努氏硬度。在相同载荷下,维氏压痕比努氏压痕更容易在精细陶

瓷上引起裂纹,且维氏压痕受试样表面度和压头轴线与试样表面法线平行度的影响较努氏压痕法小,因此该实验采用维氏硬度测量法<sup>[13]</sup>。该方法由英国科学家维克斯首先提出,是根据压痕单位面积上的载荷来计算硬度值,更适用于测定小面积及硬度高的材料。实验采用的压痕法是将维氏硬度仪压头压入试件表面,根据负载及裂纹长度计算得出陶瓷材料的断裂韧性,该法简单易行,更适用于牙科陶瓷断裂韧性的测量。Harada等<sup>[39]</sup>的研究表明,压痕法测氧化锆断裂韧性时理想的加载负荷为196 N和294 N。Okada等<sup>[40]</sup>对加载时间进行研究,发现5 s的负载时间不能形成足够的裂纹,负载时间15 s和30 s间比较无显著差异。因此设定实验中压痕法的加载负荷为196 N,负载时间为15 s。陶瓷作为脆性材料的韧性一般较低,对裂纹敏感性很强,外力作用下易出现裂纹,裂纹扩展终致修复体的失败。因此,良好的断裂韧性对牙科全瓷材料来说尤为重要<sup>[26]</sup>,是修复体保持长久稳定的基础。此次实验测试结果,ST氧化锆维氏硬度值最大,TT氧化锆最小。3组氧化锆椅旁快速烧结后断裂韧性有差异,inCoris ZI > ST > TT,最低的TT氧化锆断裂韧性仍可达 $(4.87 \pm 0.07) \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 。根据ISO6872标准<sup>[15]</sup>,固定修复体的最低断裂韧性值为 $0.7-5.0 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ,而且当断裂韧性大于 $5.0 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 时,氧化锆陶瓷即可作为四单位及四单位以上修复体的基底陶瓷。这说明ST、inCoris ZI氧化锆椅旁快速烧结后的断裂韧性虽有差异,但均足以满足临床需要。另外,当氧化锆陶瓷的断裂韧性在 $3.5-5.0 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 之间时,可作为包含磨牙的三单位修复体的基底陶瓷,因此TT氧化锆需要恰当选择临床适应证,可满足大部分临床需要,但不可作为四单位及四单位以上修复体的基底陶瓷。

弯曲强度的测试方法有双轴弯曲实验、三点弯曲实验、四点弯曲实验等。有文献指出,双轴弯曲测定的是较大区域内的起源裂纹,而非载荷中轴附近的裂纹,因此可较好地消除边缘效应,降低试件制备过程中表面损伤的敏感性,降低测量数据变异<sup>[41]</sup>。相较于三点弯曲实验,双轴弯曲强度测试更能模拟口腔中修复体承受的双轴力情况,反映临床上的力学数值,因此实验采用双轴弯曲强度测试实验方法。关于烧结参数对氧化锆机械性能的影响,有众多学者对此进行了研究。丁亚通<sup>[24]</sup>对3Y-TZP在200-1 000 °C/h的升温速率下进行烧结,结果表明随升温速率的增加,氧化锆弯曲强度降低,但这种影响随升温速率的上升趋缓。Stawarczyk等<sup>[42]</sup>的研究表明烧结温度在1 400-1 550 °C时,氧化锆材料可获得最高的弯曲强度,而温度高于1 550 °C或低于1 400 °C时弯曲强度显著降低。Casucci等<sup>[43]</sup>也在文章中提到,烧结温度在1 400-1 500 °C时氧化锆可获得理想的机械性能。另有研究表明,inCoris ZI和inCoris TZI氧化锆在1 580 °C、10 min的superspeed烧结条件下,挠曲强度高于speed(1 540 °C、25 min)和classic(1 510 °C、120 min)组<sup>[11]</sup>。此次实验中,TT氧化锆双轴弯曲强度低于另外两组,同时ST、inCoris ZI氧化锆间不存在

显著差异。根据ISO6872标准<sup>[15]</sup>, 氧化锆陶瓷的挠曲强度达800 MPa以上时, 即可作为四单位及四单位以上修复体的基底陶瓷, 说明ST、inCoris ZI氧化锆快速烧结后弯曲强度完全可满足临床需要。而TT氧化锆双轴弯曲强度为(624.41±92.01) MPa, 介于500-800 MPa之间, 可作为包含磨牙三单位修复体的基底陶瓷, 但不可作为四单位及四单位以上修复体的基底陶瓷, 因此需要恰当选择临床适应证。

ST、inCoris ZI氧化锆椅旁快速烧结后所测的机械性能指标, 可满足作为四单位及四单位以上修复体基底陶瓷的临床需要, 而TT氧化锆所测的性能指标可达到作为包含磨牙三单位修复体基底陶瓷的要求, 因此需要恰当选择适应证。

**作者贡献:** 第一作者和通讯作者构思并设计实验, 第一作者起草, 经通讯作者审核, 第一作者及通讯作者对文章负责。

**经费支持:** 该文章未接受任何经费支持。

**利益冲突:** 文章的全部作者声明, 在课题研究和文章撰写过程中不存在利益冲突。

**写作指南:** 该研究遵守国际医学期刊编辑委员会《学术研究实验与报告和医学期刊编辑与发表的推荐规范》。

**文章查重:** 文章出版前已经过专业反剽窃文献检测系统进行3次查重。

**文章外审:** 文章经小同行外审专家双盲外审, 同行评议认为文章符合期刊发稿宗旨。

**生物统计学声明:** 该文统计学方法已经首都医科大学公共卫生学院李海彬博士审核。

**文章版权:** 文章出版前杂志已与全体作者授权人签署了版权相关协议。

**开放获取声明:** 这是一篇开放获取文章, 根据《知识共享许可协议》“署名-非商业性使用-相同方式共享4.0”条款, 在合理引用的情况下, 允许他人以非商业性目的基于原文内容编辑、调整和扩展, 同时允许任何用户阅读、下载、拷贝、传递、打印、检索、超级链接该文献, 并为之建立索引, 用作软件的输入数据或其它任何合法用途。

## 4 参考文献 References

[1] 刘小舟, 王勇, 吕培军. 牙科可切削陶瓷材料国内临床应用及研究进展[J]. 硅酸盐通报, 2009, 8(28):212-214.

[2] Sailer I, Pjetursson BE, Zwahlen M, et al. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: fixed dental prostheses. Clin Oral Implants Res. 2007;18(3):86-96.

[3] Kitaoka A, Akatsuka R, Kato H, et al. Clinical Evaluation of Monolithic Zirconia Crowns: A Short-Term Pilot Report. Int J Prosthodont. 2018; 31(2):124.

[4] 杨秀梅. 氧化锆全瓷和锆铬合金冠修复对基牙牙周指数及致病菌的影响[J]. 世界最新医学信息文摘, 2018, 18(30):68-69.

[5] 李鸿飞, 吴祥冰, 任伟. 不同修复材料应用于前牙牙冠延长术后冠修复患者中的疗效对比[J]. 中国临床研究, 2018, 31(1):102-104.

[6] Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, et al. Current status of zirconia restoration. J Prosthodont Res. 2013;57(4):236-261.

[7] 朱东彬, 宋艳军, 梁金生, 等. 牙科用氧化锆陶瓷韧性研究进展[J]. 无机材料学报, 2018, 33(4):363-372.

[8] Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Donovan TE, et al. Fracture rate of monolithic zirconia restorations up to 5 years: a dental laboratory survey. J Prosthet Dent. 2016;116(3):436-439.

[9] Yu Z, Mai Z, Barani A, et al. Fracture-resistant monolithic dental crowns. Dental Materials Official Publication of the Academy of Dental Materials. 2016;32(3):442-449.

[10] 刘诗铭, 刘峰. 椅旁CAD/CAM修复材料分类和新进展[J]. 口腔医学, 2017, 37(8):673-677.

[11] Ersoy NM, Aydoğdu HM, Değirmenci BÜ, et al. The effects of sintering temperature and duration on the flexural strength and grain size of zirconia. Acta Biomater Odontol Scand. 2015;1(2-4):43-50.

[12] Kaizer MR, Gierthmuehlen PC, Dos Santos MB, et al. Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: Optical, mechanical, and wear characteristics. Ceram Int. 2017;43(14):10999.

[13] ISO 14705, Fine ceramics(advanced ceramics, advanced technical ceramics)-Test method for hardness of monolithic ceramics at room temperature, 2008.

[14] 陈士冰, 王世峰, 李亮. 烧结温度对3Y-TZP陶瓷结构与力学性能的影响[J]. 硅酸盐通报, 2011, 30(3):724-727, 735.

[15] ISO 6872, Dentistry-Ceramic Materials, 2008.

[16] 蒋媛, 杨杨. 氧化锆的临床研究进展[J]. 临床口腔医学杂志, 2017, 33(2):125-127.

[17] 包旭东, 高学军. 椅旁CAD/CAM数字化修复[J]. 中华实用口腔科杂志, 2016, 9(6):321-325.

[18] Habib SR. Digital microscopic evaluation of vertical marginal discrepancies of CAD/CAM fabricated zirconia cores. Biomed Tech (Berl). 2018. pii: /j/bmte. ahead-of-print/bmt-2017-0234/bmt-2017-0234. xml. doi:10.1515/ bmt-2017-0234. [Epub ahead of print]

[19] 王林虎, 郭家平. CEREC椅旁CAD/CAM诊室技术25年的研究进展[J]. 国际口腔医学杂志, 2012, 39(1):124-127.

[20] Renjo MM, Ćurković L, Štefančić S, et al. Indentation size effect of Y-TZP dental ceramics. Dent Mater. 2014;30(12):e371-e376.

[21] 王继辉, 舒庆琏. 结构陶瓷断裂韧性测试方法的研究[J]. 武汉理工大学学报, 1997, 19(2):83-87.

[22] 程绮婷, 赵克, 张新平. 牙科陶瓷力学性能与可靠性的研究方法[J]. 中华口腔医学研究杂志, 2009, 3(3):331-335.

[23] 陈士冰, 王世峰, 李亮. 烧结温度对3Y-TZP陶瓷结构与力学性能的影响[J]. 硅酸盐通报, 2011, 30(3):724-727, 735.

[24] 丁亚通. 升温速率对牙科可切削氧化锆陶瓷性能影响的实验研究[D]. 上海: 复旦大学华山医学院, 2012.

[25] 林映辉. 烧结温度对氧化锆基台材料力学性能的影响[D]. 青岛: 口腔临床医学学院, 2010.

[26] 孙蕾, 张富强, 靳喜海, 等. 烧结温度对牙科氧化锆陶瓷部分物理机械性能的影响[J]. 上海第二医科大学学报, 2005, 25(3):249-251.

[27] Li GH, Guo ZY, Chen JH. Properties and microstructure of nano-powder 3 molytria stabilized tetragonal zirconia polycrystal as dental materials. J Clin Rehabil Tissue Eng Res. 2009;13(42):8277-8279.

[28] Liang XJ, Qiu YX, Zhou SX, et al. Preparation and properties of dental zirconia ceramics. Journal of University of Science and Technology Beijing. 2008;15(6):764-768.

[29] 樊江源, 林婷婷, 胡方旋, 等. 烧结温度对牙科氧化锆增韧氧化铝陶瓷力学性能的影响[J]. 上海口腔医学, 2017, 26(2):129-133.

[30] 陈莹, 顾郁嘉, 陈晨, 等. 烧结次数对牙科氧化锆陶瓷机械性能的影响[J]. 南京医科大学学报(自然科学版), 2017;37(01):117-120.

[31] 王兴明, 王焕平, 刘思琪, 等. 氧化物着色剂对3Y-TZP陶瓷色度及力学性能的影响[J]. 机械工程材料, 2018, 42(4):48-52.

[32] Camposilvan E, Leone R, Gremillard L, et al. Aging resistance, mechanical properties and translucency of different yttria-stabilized zirconia ceramics for monolithic dental crown applications. Dent Mater. 2018;34(6):879-890.

[33] LM Candido, LN Miotto, LMG Fais, et al. Mechanical and Surface Properties of Monolithic Zirconia. Operative Dentistry. 2018;43(3): e119-e128.

[34] Byeon SM, Song JJ. Mechanical Properties and Microstructure of the Leucite-Reinforced Glass-Ceramics for Dental CAD/CAM. J Dent Hyg Sci. 2018;18(1):42-49.

[35] Goujat A, Abouelleil H, Colon P, et al. Mechanical properties and internal fit of 4 CAD-CAM block materials. J Prosthet Dent. 2018;384-389.

[36] 柳红芹, 朱国威. CAD/CAM氧化锆全瓷冠在口腔修复领域中的应用研究[J]. 遵义医学院学报, 2011, 34(2):190-193.

[37] Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. Dent Mater. 2008;24(3):299-307.

[38] 周新燕, 张振涛, 沙顺萍, 等. (ZrO<sub>2</sub>)<sub>0.96</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>0.03</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>0.01</sub>陶瓷的制备及性能研究[J]. 稀有金属, 2007, 31(2):187-191.

[39] Harada K, Shinya A, Yokoyama D, et al. Effect of loading conditions on the fracture toughness of zirconia. J Prosthodont Res. 2013;57(2):82-87.

[40] Okada T, Shinya A, Yokozuka S. Effects of loading time on fracture toughness with indentation method. Shigaku. 1990;78(3):460-486.

[41] Yilmaz H, Aydın C, GulBE. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. J Prosthet Dent. 2007;98(2):120-128.

[42] Stawarczyk B, Özcan M, Hallmann L, et al. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. Clin Oral Investig. 2013;17(1):269-274.

[43] Casucci A, Mazzitelli C, Monticelli F, et al. Morphological analysis of three zirconium oxide ceramics: Effect of surface treatments. Dent Mater. 2010;26(8):751-760.