

基于纳米压痕技术的人龈上结石弹性模量及硬度的测量

王 丽 赵 睿 朱 亮 贾婷婷 张海钟

摘 要 **目的** 测量人龈上结石的弹性模量及硬度,为牙科治疗机器人力反馈装置的研发提供依据。**方法** 采用 5 例成人牙周炎患者龈上结石为样本,对牙结石样本进行镶样,抛磨处理,制备成尺寸为 4mm × 10mm × 10mm 的试件,利用纳米压痕技术对样本的弹性模量及硬度进行测量。**结果** 制备 10 个牙结石样本,共获取 100 条压痕曲线,其中可用曲线 95 条(删除无法拟合的曲线及错误曲线),牙结石弹性模量的变化范围为 7.27 ~ 53.60GPa,平均值为 25.22GPa;硬度的变化范围为 0.11 ~ 2.25GPa,平均值为 0.67GPa。**结论** 龈上结石弹性模量及硬度值并非一确定值,具有离散性。

关键词 龈上结石 纳米压痕技术 弹性模量 硬度

中图分类号 R78

文献标识码 A

DOI 10.11969/j.issn.1673-548X.2018.09.026

Study on Elastic Modulus and Hardness of Supra - Gingival Dental Calculus by Nanoindentation. Wang Li, Zhao Rui, Zhu Liang, et al. Department of Oral and Maxillofacial Surgery, The Chinese PLA General Hospital, Beijing 100853, China

Abstract **Objective** To measure elastic modulus and hardness of supra - gingival dental calculus and to provide basis for force feedback system of dental robotics. **Methods** Ten specimen of supra - gingival dental calculus were obtained from 5 patients with periodontal disease. The cross - section view, 4mm × 10mm × 10mm in size was prepared in an epoxy mount and polished. Nanoindentation method was used to survey elastic modulus and hardness of supra - gingival calculus. **Results** Among the 10 specimens, a total of 100 indentation curves were harvested and 95 can be calculated (excluding error and unable fitted curves). The elastic modulus is ranging from 7.27GPa to 53.60GPa with the average of 25.22GPa; the hardness is ranging from 0.11GPa to 2.25GPa and the average is 0.67GPa. **Conclusion** Using a nano - indenter to measure elastic modulus and hardness of supra - gingival calculus is practicable.

Key words Supra - gingival dental calculus; Nanoindentation; Elastic modulus; Hardness

牙结石是沉积在牙面或修复体上已钙化或者正在钙化的菌斑及沉淀物,由唾液或者龈沟中的矿物质逐渐沉积而成。清除牙结石是治疗牙周病的主要措施之一,而超声洁治或者手动刮除是目前临床上常用的方法。为了减少洁牙医生的工作负担及职业暴露的风险,目前本课题组正在研发一种基于力反馈系统的洗牙机器人,其中涉及的几个重要力学参数如牙结石弹性模量、硬度、牙结石 - 牙面的结合力等是研发此机器人需要的基础数据^[1]。目前国内外对于牙结石的研究一般局限在其形成,化学成分、结石控制及古人类基因及饮食结构等方面,在牙结石的弹性模量及硬度方面,尚存在空白^[2-5]。本实验利用纳米压痕

仪初步测量了牙结石弹性模量及硬度值,为洗牙机器人的研发提供理论基础。

材料与方法

1. 实验材料:样品取自中国人民解放军总医院口腔洁治科 5 例牙周炎患者,将手动龈上刮治器放置于龈上结石底部获取大块龈上结石,体积约 3mm × 3mm × 2mm,并对牙结石的牙位及形成时间进行逐一登记。结果收集了同一患者 6 个牙位(上磨牙、上前磨牙、上前牙、下磨牙、下前磨牙、下前牙)牙结石各 1 块,共计 6 块,分别记为标本 1、2、3、4、5、6。另收集 4 位患者下前牙区牙结石各一块,共计 4 块,分别记为样品 7、8、9、10。利用蒸馏水冲洗干净,阴干,备用。上述 5 例患者牙结石形成时间均为 10 年。

2. 实验设备:采用清华大学航空航天工程学院研究所购置的 TI950 纳米压痕仪(Hysitron 公司),在本实验采用位移加载,最大加载位移为 120nm,加载速率为 24nm/s。为消除材料蠕变的影响,设置在最大

基金项目:首都临床特色应用研究与成果推广项目(Z161100000516191)

作者单位:100853 北京,中国人民解放军总医院口腔颌面外科

通讯作者:张海钟,主任医师,教授,博士生导师,电子信箱:zhang-hz126301@126.com

压痕载荷下的加保载时间为 5s,卸载时间为 5s。

3. 实验标本的处理:(1)利用树脂材料将备用结石进行镶样处理。(2)将上述经过镶样处理的实验材料在水磨机上依次用 400、600、800、1000 号砂纸打磨,暴露牙结石游离面,研磨膏打磨,绒布抛光,最后进行震荡抛光去除残余应力。经过上述处理后的实验标本应达到以下测试要求:尺寸要求:10mm≤r≤15mm,高度 4mm;样品上下面平行;利用 AFM 扫描表面确认其粗糙度,保证受测平面在 10μm×10μm 范围内起伏在 30nm 以内。(3)牙结石分组测量如下:样品 1~10 于电镜下随机选取 5 个平坦的区域,每个区域随机压取 2 个点,共计 100 点。

4. 纳米压痕仪测量牙结石样本弹性模量及硬度:逐点读取并记录实验数据,并删除变异较大数据(5 点)。

5. 纳米压痕测试原理:纳米压痕技术是指利用特定形状和硬度的压头压入被测材料,借助高分辨率的位移传感器和力传感器获取压深量和载荷,通过载荷-位移曲线计算出被测材料的力学性能,包括弹性模量、硬度等。目前纳米压痕仪被广泛应用于涂层材料,生物材料、薄膜/基体组合体等领域^[6]。本研究使用 Hysitron 公司生产的 TI950 纳米压痕仪,以 Oliver 和 Pharr 法对牙结石进行力学性能测试。Oliver 和 Pharr 法由 Oliver 和 Pharr 基于压入载荷-位移曲线于 1992 年提出,其基本原理如图 1 和图 2 所示^[7]。由材料力学知识可得,牙结石弹性模量 E 及牙结石硬度 H 计算公式如下: $H = \frac{F_{max}}{A}$; $\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}$; $S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A}$ 。其中, F_{max} 为最大压入载荷, A 为压痕的投影面积, S 为卸载曲线上端部的斜率, E_r 为

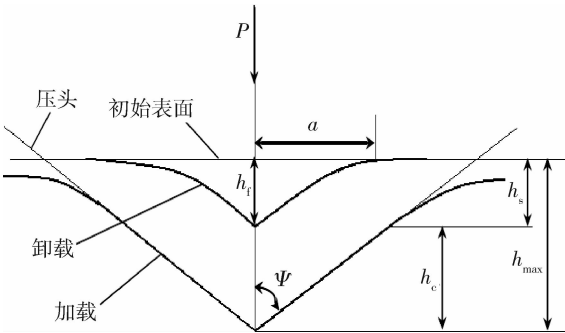


图 2 被测试材料加载前后的压痕示意图

折合弹性模量, E 为牙结石的弹性模量, h 为最大压入深度, ν 为牙结石的泊松比, E_i 为压头材料的弹性模量, ν_i 为牙结石的泊松比。

结 果

图 3 和图 4 给出了 95 个压痕点的弹性模量及硬度的散点分布图。

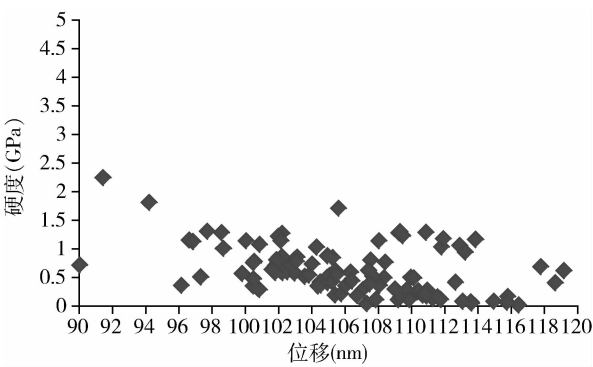


图 3 牙结石硬度分布散点图

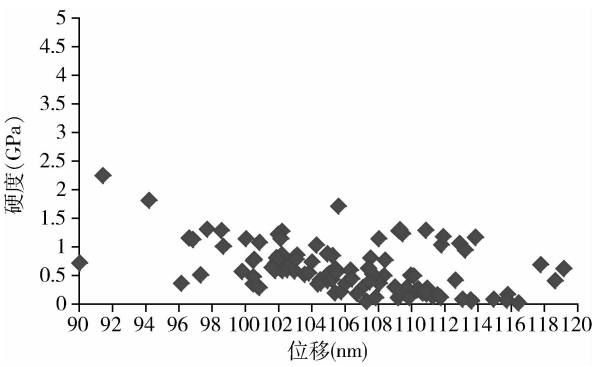


图 4 牙结石弹性模量分布散点图

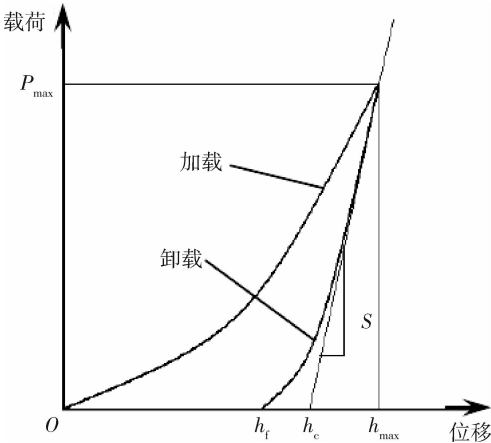


图 1 完整的载荷-位移曲线示意图

表 1 牙结石弹性模量及硬度分析 (GPa)

变量	n	最大值	最小值	均值	95% CI
弹性模量	95	53.60	7.27	25.22	23.30~27.15
硬度	95	2.25	0.11	0.67	0.59~0.76

讨 论

弹性模量和硬度是材料重要的力学性能。弹性物体受到施加应力后会发生应变,弹性模量是指应力/应变,它是衡量物体抵抗弹性变形能力大小的尺度。硬度是指材料局部抵抗硬物压入其表面的能力,是比较各种材料软硬的指标。目前,国内外尚无关于牙结石弹性模量及硬度的研究。牙结石尺寸较小,质地较脆且形状不规则,无法切割以获得标准尺寸和形状的实验试件,因此难以通过万能材料测试机、原子力显微镜等进行牙结石力学性能的测试。本实验通过镶样、打磨的样品处理方法,并采用纳米压痕仪作为测量工具解决了这一问题。如图1、图2所示,牙结石弹性模量及硬度值并非一常数,具有离散性。本次实验测得龈上结石弹性模量最大值为53.60GPa,最小值为7.27GPa,平均值为25.22GPa,龈上结石硬度最大值为2.52GPa,最小值为0.11GPa,平均值为0.67GPa,这一实验结果与牙结石的形成过程、微观结构及化学成分有关。

研究发现,扫描电镜下龈上牙结石断面的附着面存在大量的空隙结构,空隙内可见细菌,细菌周围矿物质沉积,成颗粒状但晶体较小,断面的游离端晶体成规则的叶片状且走向规则一致,牙结石表面成不规则小团块状矿化物^[8,9]。Hayashizaki等^[10]研究发现,同一个体不同牙位的龈上结石在晶相及结晶度方面存在差异。在化学构成方面,牙结石是由70%~80%的无机盐及少量的有机物和水构成,无机物主要包括钙、磷及其他微量元素,主要以羟磷灰石、磷酸盐的晶体结构存在,化学成分分布的不均匀性亦决定了牙结石硬度及弹性模量的离散性。此外,唾液及龈沟成分、口腔清洁程度、饮食结构、唾液腺导管开口位置等因素均可对牙结石的弹性模量及硬度产生一定影响^[10,11]。不过,从表1、表2中可以看出牙结石弹性模量及硬度的分布并非无规律,弹性模量的数值多集中在25GPa附近,硬度多集中在0.6GPa附近。以往研究得知牙釉质弹性模量为84.1GPa,硬度为296洛氏值牙骨质弹性模量为13.8GPa,硬度低于牙本质(68洛氏值)及骨,口腔黏膜弹性模量为10MPa,这种力学性能的差异性为牙科治疗机器人力反馈装置的研发提供了可能,同时也为建立附有牙结石的牙的三维有限元模型提供了必要的材料属性。

本研究的实验样本来自于5个牙周炎患者的龈

上结石,共获取95个压痕曲线,由于样本量较小,因此无法完全真实反映牙结石的弹性模量及硬度范围值。由于样本量比较小,笔者也无法对样本1~6的数据进行比较分析,以研究牙位对牙结石力学性能的影响。同时纳米压痕仪测量精度很高,实验过程中的一些内部及外部因素可能影响测量精度,一定程度上可降低实验数据的真实性,影响因素包括试验温度、噪声、振动、压头的使用寿命、形状、压头面积、函数的校准值、试件粗糙程度、尺寸、残余应力、式试样表面与压头压入方向的不垂直度等^[12]。

本项研究通过纳米压痕仪对龈上结石的弹性模量及硬度进行了初步测定并获取了相关实验数据,为基于力反馈装置的牙科治疗机器人的研发提供了一定的理论基础。

参考文献

- 冯杭,王丽,邢乐君,等.一种用于口腔和牙科治疗的机器人系统设计[J].中国医疗设备,2017,32(4):30-32
- Arabacı T, Çiçek Y, Beydemir Ş, et al. Are increased salivary carbonic anhydrase VI levels related to the amount of supragingival dental calculus formation and clinical periodontal scores. [J]. J Den Sci, 2015, 10(2):123-127
- 韩耀伦,陈红莉,李庆福.人类唾液和牙结石中纳米细菌的分离培养及形态观察[J].中国继续医学教育,2015,7(24):213-214
- Weyrich LS, Dobney K, Cooper A. Ancient DNA analysis of dental calculus[J]. J Hum Evol, 2015, 79(3):119-124
- Wesolowski V, Ferraz Mendonça de Souza SM, Reinhard KJ, et al. Evaluating microfossil content of dental calculus from Brazilian sambaquis[J]. J Archaeol Sci, 2010, 37(6):1326-1338
- 靳巧玲,李国禄,王海斗,等.纳米压痕技术在材料力学测试中的应用[J].表面技术,2015,44(12):127-136
- 李言,孔祥健,郭伟超,等.纳米压痕技术研究现状与发展趋势[J].机械科学与技术,2017,36(3):469-474
- 王斯玮,杨岚,刘建国,等.牙周病患者牙结石中纳米级矿化颗粒的分离培养及形态学观察[J].遵义医学院学报,2014,37(6):616-623
- 饶念静,周彬,曾引萍,等.龈上牙结石附着面和游离面晶体构型的扫描电镜观察[J].临床口腔医学杂志,2005,21(4):201-203
- Hayashizaki J, Ban S, Nakagaki H, et al. Site specific mineral composition and microstructure of human supra-gingival dental calculus[J]. Arch Oral Biol, 2008, 53(2):168-174
- 陶大卫,陈朝云.河南荥阳官庄遗址两周时期人牙结石的植物淀粉粒分析[J].人类学学报,2017,36(3):1-10
- 刘美华,李鸿琦,王静,等.纳米压痕测量精度的影响因素[J].机械工程材料,2008,32(8):4-7,73

(收稿日期:2017-11-09)

(修回日期:2017-12-01)