译文

全瓷与牙齿间应用新型粘结系统的粘结强度

Bond Strength of All-Ceramics to Tooth Structure Using New Luting Systems

Muhittin Toman/Suna Toksavul/Ash Akin

原载 J Adhes Dent 2008;10(5):373-378(英文)

包旭东 译 岳 林 审

摘 要

目的:观察不同粘结系统对全瓷修复体与牙本质表面的剪切粘结强度的作用。**材料和方法**:制作48个全瓷测试盘(2mm×3mm;IPS e.max Press)。将48颗人离体无龋磨牙分成4组,从组1至组4分别用Variolink-2/Excite DSC(酸蚀-冲洗粘结剂)、Clearfil Esthetic Cement/Clearfil Protect Bond(抗菌和自酸蚀粘结剂)、Multilink/Multilink Primer(自酸蚀粘结剂)和Multilink Sprint(自粘结剂)粘结IPS e.max Press全瓷测试盘。对所有样本均施以5 000次温度循环(5℃~55℃,每次30s),之后,用万能试验机检测样本损坏时的剪切粘结强度,用光学显微镜放大10倍和1 000倍观察分析牙本质断裂表面,并采用图像分析软件对所得图像进行分析。试验数据采用方差分析(one-way ANOVA)和Tukey检验进行统计学分析,显著性水平为$P<0.05$。**结果**:各组平均剪切强度以MPa表示,分别为:Variolink-2/Excite DSC:25.89±3.71;Clearfil Esthetic Cement/Clearfil Protect Bond:17.21±2.71;Multilink/Multilink Primer:11.6±3.51;Multilink Sprint:10.4±3.15。经单因素方差分析,各组剪切粘结强度的差异具有显著性($P<0.001$)。经Tukey检验,组1和组2($P<0.001$)、组1和组3($P<0.001$)、组1和组4($P<0.001$)、组2和组3($P=0.003$),以及组2和组4($P<0.001$)之间剪切粘结强度的差异具有显著性。**结论**:酸蚀-冲洗牙本质粘结系统对全瓷和牙本质面的粘结可产生比自酸蚀粘结系统和自粘结系统更高的粘结强度。

关键词 剪切粘结;自粘结;牙本质粘结;全瓷

全瓷冠的特点是具有较高的美学特性,与牙龈组织结合好,具有良好的生物相容性。全瓷修复体可以采用各种不同的系统制作,包括热压铸全瓷系统。随着粘结步骤和新型粘结技术的推广,全瓷修复系统得到更加广泛地应用,目前被推荐应用于多种全瓷系统的粘结技术包括牙本质粘结和双重固化树脂粘结水门汀粘结等。

译者 北京大学口腔医学院牙体牙髓科
北京海淀区中关村南大街22号 100081

IPS e.max Press(Ivoclar Vivadent义获嘉·伟瓦登特;Schaan,Liechtenstein沙恩,列支敦士登)玻璃瓷是一种采用"脱腊技术"制做的热压铸二矽酸锂加强型材料。这种全瓷材料已被应用于单个牙的修复,以及延伸至第二前磨牙的前牙区三单位局部固定义齿。二矽酸锂瓷修复体具有良好的机械加工性和抛光性,并能减少对殆牙的磨损,同时具有更好的生物相容性、自然的外观和优秀的美学性能,为临床带来了许多益处。

牙齿组织和修复体之间的粘结是决定修复体成功的最重要因素之一。牙本质粘结系统被设计用来获得树脂修复体和周围牙体组织之间的紧密封闭。目前的树脂水门汀套装包含了用于和牙齿组织粘结的牙本质粘结剂和用于与修复体粘结的双重固化型树脂水门汀。将瓷与牙齿粘结时，有两个不同的界面需要考虑：牙齿／粘结剂界面和瓷／水门汀界面。这两个界面的粘结强度都应该是最佳的，因为粘结强度较差的界面将决定最终的修复体粘结强度。

由于目前还没有理想的粘结材料，临床医师面临的问题：一是粘结过程中的技术敏感性，二是不同修复材料需要不同的粘结材料和粘结步骤。最近有一种树脂基的自粘结牙科水门汀（Multilink Sprint，Ivoclar Vivadent）进入临床，该粘结剂不需要预先处理牙齿粘结表面，简化了粘结步骤。除了贴面以外，这种粘结剂被推荐用于金属基底冠和瓷冠的粘结，以及覆盖部分牙尖的瓷冠和间接树脂修复体。

牙体预备后推荐使用具有抗菌特性的材料来消毒牙本质，以减少术后敏感。为了获得具有抗菌活性的树脂基材料，Imazato研发出一种新的单体——甲基丙烯酰氧十二烷基溴吡啶(MDPB)，它结合了抗菌剂季胺和甲基丙烯酰基。据称，将该单体涂布到牙本质表面，粘结系统处理剂中未聚合的MDPB单体可表现出类似于牙本质消毒剂的杀菌效果。聚合后，抗菌成分固定于牙本质粘结剂界面，由于其抗菌作用，新菌很难在该区域定植。因此，将MDPB结合到牙本质粘结系统中，是使其在固化前后获得抗菌活性的潜在方法。

本研究的目的是通过采用Variolink-2/Excite DSC（酸蚀-冲洗粘结剂）（义获嘉·伟瓦登特；沙恩，列支敦士登）、Clearfil Esthetic Cement/ Clearfil Protect Bond（抗菌和自酸蚀粘结剂）（Kuraray可乐丽；Tokyo，Japan）、Multilink /Multilink Primer（自酸蚀粘结剂）和Multilink Sprint（自粘结剂）（义获嘉·伟瓦登特）四种粘结系统，观察全瓷与牙本质间的剪切粘结强度。无效假说是采用各种不同粘结系统对全瓷与牙本质的剪切粘结强度没有影响。

材料和方法

本研究选取48颗新拔除的人无龋磨牙。用外科手术刀、洁治器和刮治器去除牙石及残余牙周组织。然后常规使用旋转刷和浮石粉抛光牙齿，放置于0.09%生理盐水中，4℃保存备用。

使用低速金刚砂锯（Isomet，Buehler；Lake Bluff，IL，USA），在水冷却下从釉牙骨质界根方约2mm处截除牙根，然后将牙齿放入丙烯酸自凝树脂（Meliodent，Bayer Dental；Newbury，UK）的塑料托上，将牙齿的颊面朝上稍高出于包埋材。在试样准备即刻，用金属抛光轮和180目碳化硅砂纸湿打磨，去除颊面釉质以暴露表层的牙本质，使其和包埋材料齐平，再用600目砂纸打磨。在解剖显微镜下放大50倍观察以确认未残留牙釉质。将含有4mm直径孔洞的胶带贴至牙本质面中央，用以限制粘结面范围。然后根据所用的粘结剂将牙齿随机分为4组：Varolink-2、Clearfil Esthetic Cement、Multilink和Multilink Sprint（表1）。整个粘结过程由一名在牙科粘结领域具有8年临床经验的医师完成。

表1 研究分组

组别	树脂粘结剂	牙本质粘结剂
1	Varolink-2	Excite DSC
2	Clearfil Esthetic Cement	Clearfil Protect Bond
3	Multilink	Multilink Primer
4	Multilink Sprint	

粘结过程

本研究中使用的树脂粘结剂系统的化学成分列于表2中。粘结前，每颗牙齿使用浮石粉清洁，冲洗，再使用无油气枪轻轻吹干。

Varolink-2/Excite DSC（组1）

全瓷柱条的粘结面用5%的氢氟酸（IPS Empress 酸蚀凝胶，Ivoclar Vivadent）酸蚀20s，在自来水下冲洗30s，吹干。再用硅烷偶联剂（Monobond S，Ivoclar Vivadent）硅烷化60s，再吹干。牙本质用37%磷酸（Email Preparator GS，Ivoclar Vivadent）酸蚀15s，冲洗20s，用小棉球蘸干，并使牙本质表面保持湿润。将单剂型牙本质粘结剂（Excite DSC）活化，涂于瓷和牙齿表面10s。将粘结剂吹薄，但不要光照固化。用塑料调铲将Varolink-2基质和催化剂在调合板上调匀，涂布于瓷表面。用材料包装检测仪EZTest（Shimadzu；Kyoto，Japan）在20N压力条件下（类似于手指的

表2 本研究中的粘结系统

材料	生产厂家	批号	材料成分
Varolink-2/Excite DSC	义获嘉·伟瓦登特；沙恩，列支敦士登		
酸蚀剂		J11093	37%磷酸
Excite DSC（双重固化单瓶粘结剂）		J12791	磷酸丙烯酸盐、二甲基丙烯酸、HEMA（甲基丙烯酸羟乙酯）、高分散二氧化硅、酒精、催化剂、稳定剂
小刷子			含引发剂涂层
水门汀基质		J13724	Bis-GMA、UEDMA、TEG-DMA、填料
水门汀催化剂		J13735	Bis-GMA、UEDMA、TEG-DMA、填料
硅烷偶联剂（Monobond S）		J14325	3-甲基丙烯酸丙基三甲氧基硅烷、水、酒精、乙酸（pH=4）
瓷酸蚀剂		J07372	5%氢氟酸
氧阻凝胶		J08775	丙三醇、二氧化硅
Clearfil Esthetic Cement/Clearfil Protect Bond	可乐丽；东京，日本		
处理剂		00018B	MDP、MDPB、HEMA、引发剂、水
粘结剂		00028B	MDP、HEMA、二甲基丙烯酸、硅胶、表面处理的氟化钠、引发剂
树脂水门汀		0001AA	
基质			Bis-GMA、TEG-DMA、甲基丙烯酸酯单体、硅烷化的玻璃填料、硅胶
催化剂			Bis-GMA、TEG-DMA、甲基丙烯酸酯单体、硅烷化的玻璃填料、硅烷化的二氧化硅、硅胶、过氧化苯甲酰、樟脑醌、色素
硅烷偶联剂（Clearfil瓷处理剂）		00001A	3-甲基丙烯酸丙基三甲氧基硅烷、磷酸二氢甲基丙烯酰氧癸酯、酒精
Multilink	义获嘉·伟瓦登特		
处理剂A		H10145	水合引发剂
处理剂B		H09713	磷酸丙烯酸盐、HEMA、TEG-DMA、甲基丙烯酸盐改性聚丙烯酸
树脂水门汀		H12205	
基质			二甲基丙烯酸、HEMA、填料、t-amine
催化剂			二甲基丙烯酸、HEMA、填料、过氧化二苯甲酰
Multilink Sprint	义获嘉·伟瓦登特		
树脂水门汀		K05241	
基质			二甲基丙烯酸、三氟化镱、玻璃填料、二氧化硅、引发剂、稳定剂和色素
催化剂			二甲基丙烯酸、三氟化镱、玻璃填料、二氧化硅、粘结单体、引发剂、稳定剂和色素

压力），将IPS e.max Press瓷柱条粘结于限定范围的牙本质表面。光照10s初始固化，用牙科探针去除多余的水门汀。然后用光强480mW/cm²的可见光（Optilux，Kerr；Danbury，CT，USA）从各个方向光照40s固化。

Clearfil Esthetic Cement/Clearfil Protect Bond（组2）

用5%氢氟酸（IPS Empress 酸蚀凝胶，Ivoclar Vivadent）酸蚀全瓷柱条粘结面20s，自来水冲洗30s，吹干，再用硅烷偶联剂（Clearfil Ceramic Primer，Kuraray）硅烷化60s。吹干牙本质表面，连续涂两层自酸蚀处理剂（Clearfil Protect Bond Primer，Kuraray），静止放置至少20s，使溶剂挥发10s。再连续涂两层粘结剂（Clearfil Protect Bond Bond，Kuraray），无油气枪轻轻吹2s使粘结剂铺展开。用光强480mW/cm²的可见光光照20s固化。用塑料调刀将等量的Clearfil Esthetic水门汀基质和催化剂在调合板上调匀，涂于瓷表面，然后固化，固化方式同组1。

Multilink / Multilink Primer（组3）

全瓷柱条粘结面处理过程同组1。混匀Multilink处理剂A和B（Ivoclar Vivadent），使用小毛刷头将处理液轻轻涂于牙本质表面15s，轻轻吹干。用塑料调铲将等量的Multilink基质和催化剂在调合板上调匀，涂于瓷表面。固化方式同组1。

Multilink Sprint（组4）

全瓷柱条粘结面处理过程同组1。用塑料调铲刀将Multilink Sprint基质和催化剂在调合板上调匀，涂于瓷表面。固化方式同组1。

温度循环

样本储存于37℃蒸馏水中4周，然后进行5 000次5℃和55℃水浴的温度循环，水浴时间和转移时间均为30s。

剪切测试

采用Shimadzu万能测试机（Model AG-50Kng，Shimadzu；Kyoto，Japan）检测剪切粘结强度。联轴器上剪切条刀口的速度为0.5mm/min。剪切条至釉质表面的距离用两片赛璐条的厚度来保持。通过Labtech Notebook 6.3(Labtech；Wilmington，MA，USA）软件记录粘结失败时的载荷，计算样本的剪切粘结强度，以MPa表示。

断裂模式评价

由两名检查者用光学显微镜（Nikon ECLIPSE ME 600；Tokyo）对所有样本的脱粘结牙本质进行观察，全部粘结区域均在放大10倍和1 000倍、垂直角度条件下进行盲评，采用LUCIA 4.21分析软件（Labtech）分析图像。失败分类：如果75%以上树脂粘结剂存留于牙齿表面则认为是内聚破坏；如果不足25%树脂粘结剂存留于牙齿表面、或者局部区域混有粘结折裂的则认为是粘结破坏。如果评价过程中出现不同意见，两名检查者商量后再决定。

统计学分析

在Windows系统采用SPSS 15.0软件（SPSS；Chicago，IL，USA）对剪切粘结强度数据进行单因素方差分析和Tukey检验，用卡方检验对断裂部位表面的数据进行分析。所有检验的可信度为95%。

结果

表3中列出了4组样本的剪切粘结强度（均值和标准差）。经单因素方差分析，组间存在统计学差异（$P<0.05$）（表4）。经Tukey检验，组1和组2（$P<0.001$）、组1和组3（$P<0.001$）、组1和组4（$P<0.001$）、组2和组3（$P=0.003$），以及组2和组4（$P<0.001$）之间剪切粘结强度的差异具有统计学意义。

4组样本的断裂模式列于表5中。未发现单纯牙本质和单纯瓷的内聚破坏。经卡方检验，组1和组4（$x^2=10.884$，$P=0.043$），组3和组4（$x^2=13.333$，$P=0.008$）之间的断裂模式存在统计学差异。

讨论

本研究中所使用的牙本质粘结系统的粘结机制是不同的，Excite DSC是酸蚀-冲洗型粘结剂，Clearfil Protect Bond（抗菌性牙本质粘结剂）和Multilink Primer是自酸蚀粘结剂。另外，一种新型的双重固化树脂粘结水门汀——Multilink Sprint，属于自粘结系统。

人牙常常用来进行修复后的体外试验。不同的含水量、拔牙前牙髓状态、患者年龄以及牙本质的组成都会引起牙本质的改变。这些变化会影响树脂水门汀和牙本质之间的粘结界面。为了减小这些影响，本研究只选用人磨牙进行试验。

由于新型粘结系统的改进不允许长期的临床试验，修复材料的实验室检测就显得非常重要。一旦一种产品被证实不适合应用，很有可能就不能进入市场。

本研究采用了两种最常用的人工老化技术。所有全瓷试样盘在粘结后均即刻放置于蒸馏水中储存4周，必须考虑到样本储存于水中可能会造成界面成分，特别是树脂和(或)胶原的水解变性。4周后，所有样本马上进行温度循环，温度循环会对粘结剂/

表3 各组平均断裂载荷（MPa）

组别	样本量	均值（MPa）	标准差	标准误	95%可信区间	
					下限	上限
1	12	25.89	2.71	0.85	15.27	19.15
2	12	17.21	3.71	1.17	23.24	28.54
3	12	11.60	3.51	1.11	9.08	14.11
4	12	10.40	3.15	0.99	8.15	12.66

Tukey 检验：所有组间 $P<0.005$

表4 最高载荷的单因素方差分析（MPa）

	平方和	Df	均方	F	Sig
组间	1496.830	3	498.943	45.974	0.000
组内	390.698	36	10.853		
总计	1887.528	39			

表5 不同树脂粘结剂组的断裂模式

组	混合破坏	粘结破坏	内聚破坏
1	2	7	3
2	5	3	4
3	3	9	-
4	3	9	-

卡方检验：$*P<0.05$，$**P<0.005$

硬组织界面产生应力，这可能是由于多种材料成分的热膨胀系数不同、或者是水门汀加速水解变性造成的。

本研究中组1（Variolink-2/Excite DSC，酸蚀-冲洗粘结剂）的剪切粘结强度比组2（Clearfil Esthetic Cement/Clearfil Protect Bond，抗菌，自酸蚀粘结剂）、组3（Multilink/Multilink Primer，自酸蚀粘结剂）及组4（Multilink Sprint，自粘结系统）高。通过酸蚀-冲洗粘结方式获得的牙本质-树脂间的粘结在较长时期里更加稳定。有研究表明，在涂布牙本质粘结剂前，磷酸酸蚀预备的牙本质表面可以获得微机械固位，从而增加牙齿表面的粘结强度。另外，临床实验已经证实，使用酸蚀-冲洗粘结的方式可以获得可靠的和相对持久的粘结修复。

根据Behr的透射电镜图像可以看出，使用自粘结水门汀（Rely X Unicem）的牙本质界面缺乏混合层。这和De Munck等的研究结果一致，他们发现即使用初始pH值较低的自粘结水门汀（厂家说明pH＜2），也未见到牙本质脱矿。该结果表明用自酸蚀粘结剂也可使粘结界面缺乏混合层，即便有混合层也非常薄。在Sunico等的体外研究中，于涂布牙本质粘结剂前酸蚀牙本质，可以明显增加粘结强度，形成混合层。正如这些研究结果所示，混合层的形成对于牙本质表面的粘结强度是非常重要的。这也可能正是自粘结树脂粘结剂对牙本质表面的剪切粘结强度低于酸蚀-冲洗粘结系统和自酸蚀粘结系统的原因。自粘结水门汀的粘结机制还没彻底弄清，但它不同于自酸蚀粘结剂，因为使用透射电镜对界面进行形态学检查时没有观察到明显的脱矿和混合层形成。但是，最近发表的一篇对酸蚀-冲洗、自酸蚀和自粘结系统的剪切粘结强度的体外研究中，自粘结树脂粘结系统的粘结强度和酸蚀-冲洗、自酸蚀系统相比差异没有显著性。

全瓷冠的强度受牙体预备形态、冠与基牙的预处理以及粘结方法的影响。已有研究表明，粘结可以增强全瓷冠的抗折强度。Strub和Beschnidt检测了包括Empress在内的5种全瓷冠系统的抗折强度。结果显示，使用Empress染色技术的全瓷冠折裂最少，其较强的抗折能力可能与全瓷冠的压铸工艺有关。结果还表明，树脂与瓷的粘结强度要高于树脂与预备后牙本质的粘结强度。本研究中大部分样本显示为牙本质和树脂粘结剂界面的粘结破坏，与Strub和Beschnidt的研究结果一致。

在本研究体外条件限定下，无效假设被拒绝。酸蚀-冲洗牙本质粘结系统可获得全瓷对牙本质表面的最高剪切粘结强度。对于自粘结树脂水门汀应进行进一步的体外和体内研究。