译文

空气干燥压力和距离对自酸蚀粘结微拉伸粘结强度的影响

Effect of Air-drying Pressure and Distance on Microtensile Bond Strength of Self-etching Adhesive

Farid S. EI-Askary, Richard van Noort
原载 J Adhes Dent, 2011, 13(2): 147-153.（英文）
李思逸 孙亚男 译 吴礼安 审

摘 要

目的：为了研究空气干燥过程中，压力和距离对牛牙本质自酸蚀一步法粘结微拉伸粘结强度的影响。**材料和方法**：此研究中用到 36 颗牛磨牙。其中，27 颗被用来进行微拉伸粘结强度实验，9 颗被用作树脂／牙本质界面评估试验。根据溶剂挥发压力和距牙本质表面的距离将牙齿分为 9 组。根据厂家说明使用粘结剂。用压力监测仪调整压力，距离则通过测量三用枪尖端至平坦牙本质表面的距离来确定。每颗牙齿用 6mm 高的复合树脂冠恢复外形后，被切割成横断面约 1mm^2、12mm 长的矩形棒，然后以每分钟 0.5mm 的速度牵拉直至断裂。用放大 40 倍的立体显微镜评估折断模式；将树脂／牙本质界面镀金，然后在 20kV 下用扫描电子显微镜观察。**结果**：双因素方差分析的结果显示：压力和到牙本质表面的距离显著影响自酸蚀一步法的微拉伸粘结强度（P=0.001）。两个独立变量（压力和到牙本质表面的距离）的相互作用有显著性差异（P=0.001）。**结论**：根据本实验产生的微拉伸粘结强度数据，表明所用的自酸蚀一步法粘结具有技术敏感性。

关键词 牙本质粘结剂；微拉伸粘结强度；复合树脂

译者单位 第四军医大学口腔医学院儿童口腔科
西安市长乐西路 145 号 710032

1 引言

基于粘结技术的直接美学修复革命使隐形修复缺失的牙体硬组织成为可能。在此技术首次面世时，粘结技术是多步骤的，为了降低技术敏感性，现已经简化了步骤，带来的好处就是：减少了粘结所需的时间。用树脂单体替换牙体硬组织中的矿物质，是树脂与牙釉质和牙本质粘结的基本机制。清除玷污层和分解产物都是当代粘结系统奉行的策略。

到目前为止，大多数研究人员将三步法粘结系统作为金标准。虽然自酸蚀一步法粘结使用方便，但此种粘结技术临床失败的风险更高。应用自酸蚀一步法粘结时，某些关键问题仍然存在。据报道，空气干燥持续过程对多合一粘结剂与牙本质粘结的抗剪切强度有影响，不同的粘结剂对溶剂的挥发程度具有敏感性。此外，自酸蚀一步法的粘结效力与在空气中干燥的时间长短有关。Sadr等的研究认为，用于清除挥发溶剂的空气干燥时间影响一步法粘结剂对牙本质的粘结。在另一项研究中，De Munck等用高（4个标准）或低（1个标准）空气干燥压力蒸发无甲基丙烯酸羟乙酯粘结剂中的挥发性溶剂，并得出结论：高空气干燥压力没有增加对牙本质的粘结效果。然而，Van Meerbeek等报道，高空气干燥压力可能通过有效移除大量的水，从而提高粘结效力。在这些研究中，由于没有考虑距离和压力的复合影响，到牙本质表面的距离并没有被认为是变量。然而，与距离有关的压力改变可能会改变牙本质和树脂的粘结强度。

本研究的目的是研究空气压力变化和到牙本质表面的距离对牛牙本质自酸蚀一步法粘结微拉伸粘结强度的影响。本次实验的无效假设是：空气干燥压力和到牙本质表面的距离对牛牙本质自酸蚀粘结的微拉伸粘结强度都没有影响。

2 材料和方法

本研究共用36颗牛磨牙。这些牙齿在0.5%的麝香草粉溶液中储存不超过1个月。其中27颗用于微拉伸强度实验测试，其他9颗用于树脂／牙本质界面的评估。

牙齿用流水冲洗5min以去除麝香草粉残留物。牙齿的咬合面在流水冲刷下用金刚石涂层的金属晶片盘（Isomet 钻石晶圆片，Buehler；Lake Bluff，IL，美国）低速切割，以暴露平坦的牙本质表面。 牙本质表面用600目的碳化硅车针打磨60s（Buehler Metaserv 磨削抛光机，Buehler UK，Coventry，英国）以形成标准的玷污层，然后将牙齿储存于蒸馏水中。

2.1 粘结剂的应用和实验分组

实验中应用的一步法自酸蚀粘结系统和光固化树脂见表1。将空气干燥压力和气枪与牙本质表面的距离作为变量，把实验所用的牙齿分为9组（表2）。

在所有的实验组中，根据厂家说明书中介绍的干燥和固化时间来使用粘结剂。应用小毛刷将粘结剂涂抹于所有的牙本质表面，涂抹时间为20s。用无水／油的压缩气枪吹5s，气枪与牙本质表面成45°。使用压力调节器调节空气干燥的压力，通过测量气枪尖端到平坦牙本质表面的距离来设定距离，并通过将气枪固定于理想的位置来保持距离不变。

在粘结剂的溶剂蒸发后，粘结剂被卤素光固化灯光照固化10s，（QHL70，model no.So3，登士柏，Konstanz，德国），输出量不少于800mW/cm^2。在粘结剂固化后，每颗牙齿用6mm高的复合树脂冠恢复形态，分4次增加，每次约1.5mm厚，并且按照说明书的要求光照20s。在切片前，牙齿储存于蒸馏水中24h。

2.2 微拉伸粘结强度试验

每颗牙齿都用美国标乐锯金刚石涂层刀片沿颊舌纵向切割成约1mm厚的序列切片。然后牙齿被旋转90° 并近远中向切割，以产生横截面约1mm^2、长12mm的树脂／牙本质矩形棒。每组用3颗牙齿，在每颗牙齿大约相同的牙本质粘结区域挑选出8个棒状结构，因此每组共有24个棒状结构。在切割后立即进行微拉伸粘结强度试验。实验进行前即失败的、不能进行微拉伸强度实验的棒状结构已被其他棒状结构取代，并记录每组实验前失败的棒状结构的数量。这么做是为了评估每颗牙齿具有相同数目的棒状结构。棒状结构被氰基苯烯酸酯粘结剂（Metroglue，Metrodent；Huddersfield， 英格兰）固定于通用型实验机器（Lloyd ，LRX系列，Lloyd仪器，Leicester，英国）中，以每分钟0.5mm的速度增加拉力直至加载失败。负载除以横断面面积，即可算获得微拉伸粘结强度（兆帕斯卡）。

折断模式由两个独立检查者评估，折断的两端放在40倍立体显微镜（S2-PT，Olympus，东京，日本）下观察。从每组加载失败的棒状结构中随机

挑选两个，在扫描式电子显微镜下观察。这些折断模式被分为三类：Ⅰ类，粘结失败；Ⅱ类，混合失败；Ⅲ类，内聚失败。

2.3 扫描电镜评估

用扫描电镜评估完整和折断的标本，共检查 9 颗完整牙齿的树脂 / 牙本质界面，每组一颗。与微拉伸强度实验的粘结程序相同，但只用 2mm 厚的复合树脂材料修复牙本质的表面形态。每颗牙齿随机选择两个 3mm 宽、1mm 厚的薄片。牙齿表面用 1200 目的碳化硅砂盘抛光，随后用研磨抛光机和 6μm、1μm 的抛光膏抛光。树脂 / 牙本质薄片于蒸馏水中超声震荡清洗 60s 后，用 Vococid 酸蚀剂酸蚀 15s（35% 磷酸，VOCO；库克斯，德国），水气加压冲洗 15s。将树脂 / 牙本质薄片用梯度酒精脱水 20min，浓度依次为 50%、70%、90%，然后使用 50% 的酒精和 50% 的六甲基二硅氮烷混合液浸泡 20min。最后，标本在 100% 的六甲基二硅氮烷中浸泡 20min。将标本用双面胶固定于镀金机的标本台上（爱德华 S150B；克劳莱，苏塞克斯，英国），用 20kV 的扫描电镜观察（飞利浦 XL 系列，XL20；埃因霍温，荷兰）。

折断标本的准备工作与上述完整标本的完全相同。

2.4 统计分析

采用双因素方差分析法，分析空气干燥压力、到牙本质表面的距离、以及这两个因素的相互作用对牛牙本质自酸蚀一步法粘结的微拉伸粘结强度的影响。单因素方差分析法后进行邓肯多组极差检验，以检测空气干燥压力和到牙本质表面的距离对自酸蚀一步法粘结牛牙本质的微拉伸粘结强度的影响。

表 1 材料、组成和生产商

材料	组成	生产商
Futurabond M.A 一步法自酸蚀粘结剂	UDMA，HEMA，磷酸甲基丙烯酸酯、酒精、水、催化剂（CQ/ 胺），pH=2	VOCO；Cuxhaven，德国
Grandio Caps，A3 色	含 87% 无机填料的丙烯酸甲酯光固化复合树脂材料（bis-GMA，TEG-DMA）	VOCO

UDMA= 氨基甲酸乙酯，HEMA= 甲基丙烯酸羟乙酯，bis-GMA=bis- 苯酚甘油甲基丙烯酸酯，TEG-DMA= 三乙烯乙二醇二甲基丙烯酸酯

3 结果

表 3 列出了每种实验方案微拉伸粘结强度的实验数据。双因素方差分析显示（表 4），干燥压力和到牙本质表面的距离均显著影响自酸蚀一步法的微拉伸粘结强度；这两个独立变量（空气干燥压力和到牙本质表面的距离）的相互作用也有显著性差异。

单因素方差分析后的邓肯多组极差检验（表 3）显示：从组 1 ～ 3（空气干燥压力为 1 个标准压，到牙本质表面的距离分别为 2cm、5cm、10cm），当距离增加，微拉伸粘结强度明显减小。加载失败的类型也发生显著的变化，从 2 类为主（图 1）变成 3 类（图 2）为主。

4 ～ 6 组（2.6 个标准压，距离为 2cm、5cm、10cm）在距离最小时，与先前组相比，压力增加导致微拉伸粘结强度大幅降低。当距离增加时，这种效应更加显著。与先前组相比（1 个标准压组），加载失败的类型从Ⅱ类变为Ⅲ类。

7 ～ 9 组（空气干燥压力为 4 个标准压）的表现与先前组不一致。距离最近时，微拉伸粘结强度很低；远离牙本质表面因能减少有效压力，微拉伸粘结强度反而较高。然而，如图 3 和图 4 所示，病例显示的是混合失败（Ⅱ类）。最高压力和最远距离组（9 组）主要表现出内聚失败（图 5）。

扫描电镜观察完整的的树脂 / 牙本质界面，图像显示：本研究中自酸蚀一步法粘结形成了很薄的混合层（图 6）。当干燥距离增加，粘结层出现有孔结构，但未见混合层形成和树脂突渗入（图 7）。

表 2 实验分组和实验条件

组别	实验条件	
	空气干燥压力（单位：标准压）	到牙本质表面的距离（单位：cm）
1	1（轻）	2
2	1（轻）	5
3	1（轻）	10
4	2.6（中等）	2
5	2.6（中等）	5
6	2.6（中等）	10
7	4（强）	2
8	4（强）	5
9	4（强）	10

表 3 不同实验组微拉伸粘结强度的平均值和标准差（$n=24$）

组别	1bar	2.6bar	4bar
2cm	21.6±6.8 aA	16.8±4.1 aB	13.3±3.9 bC
5cm	10.3±3.1 bB	12.3±4.5 bB	21.8±6.3 aA
10cm	10.0±3.2 bB	10.3±3.8 bB	13.3±4.9 bA

平均值和标准差（兆帕，MPa）。每列相同的小字母间平均值没有统计学差异；每行相同大写字母间的平均值无统计学差异，$P \leqslant 0.05$

表 4 牛牙本质一步法自酸蚀粘结实验中，空气干燥压力、到牙本质表面的距离和两者间相互作用对微拉伸粘结强度影响的双因素方差分析

来源	S.S.	df	M.S.	F	Sig.
干燥压力（DP）	346.760	2	173.380	7.908	0.001***
干燥距离（D）	1320.873	2	660.436	30.122	0.001***
干燥压力和距离	2462.880	4	615.720	28.082	0.001***
错误	4538.569	207	21.925		
正确总计	8669.082	215			

S.S.= 平方和；M.S.= 均方；***= 显著意义，$P \leqslant 0.001$

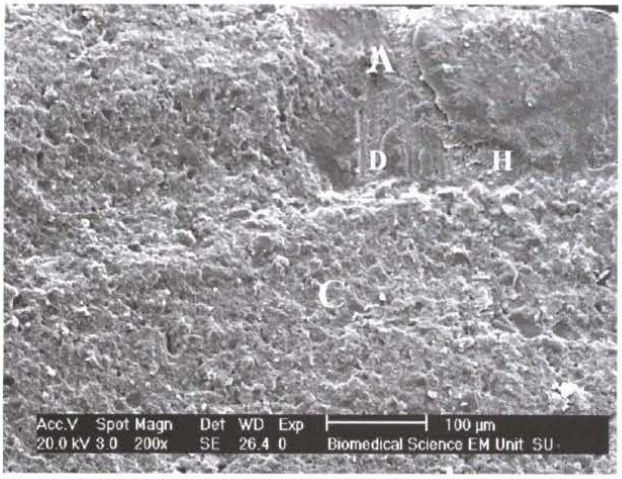


图 1 第 1 组折断标本中代表性的扫描电镜图像，为混合失败（Ⅱ型）。A. 粘结层；D. 牙本质；H. 混合层；C. 复合树脂。200 倍放大

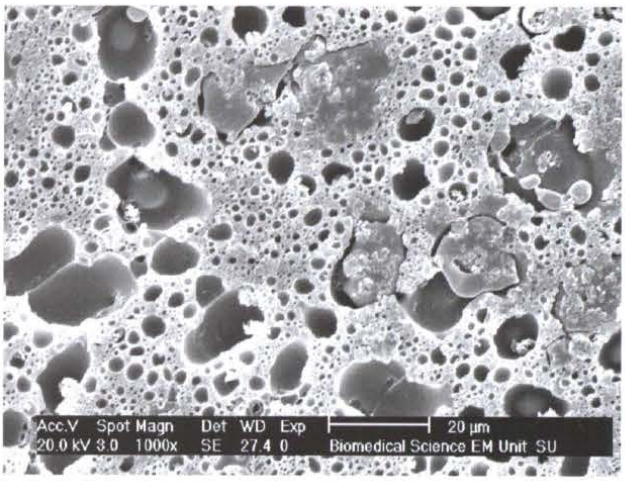


图 2 第 2 组折断标本中代表性的扫描电镜图像，为粘结层的内聚失败（Ⅲ型）。粘结层出现孔状结构。1000 倍放大

干燥距离为 2cm 时，增加空气干燥压力（2.6 个标准压和 4 个标准压）会产生薄的、几乎并不存在的粘结层（图 8）。

4 讨论

现代牙科粘结修复的趋势是提供更简单、快捷的粘结。与此相一致，很多生产商开始研制所谓的多合一粘结剂。然而，到目前为止，多合一粘结剂的功效并不能与传统多步法粘结剂相提并论。更为不幸的是，生产说明书中没有提及最适的空气干燥压力和距离，以便在光固化之前，从粘结剂中尽可能挥发出足够多的溶剂。大多数材料生产商在说明上标明用轻微或高压力从自酸蚀粘结剂中蒸发出溶剂，问题是多轻柔才算是低压力，多高压力才算是高压力？很难把握。类似问题也出现在我们使用湿粘结技术时，多湿能被称作湿？

在挥发持续时间和空气干燥压力的影响方面，自酸蚀粘结的技术敏感性已经得到评估。在这些实验中，空气干燥的距离并不是实验变量。De Munck 等的实验中，轻柔和高空气干燥压力分别被

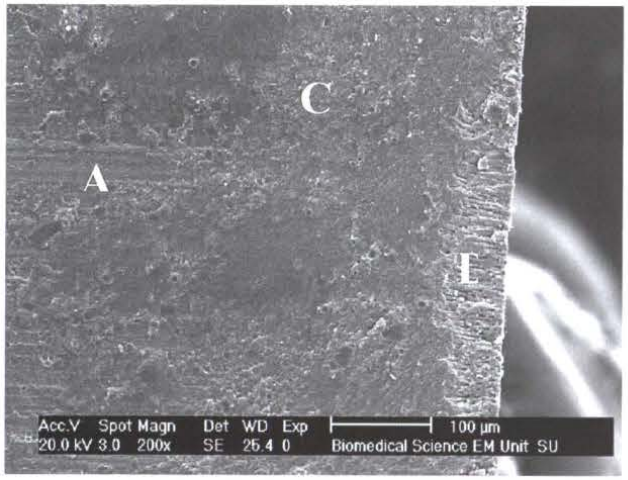


图 3 第 7 组折断标本中代表性的扫描电镜图像，为混合失败（Ⅱ型）。A. 粘结层；C. 复合树脂；D. 牙本质，200 倍放大

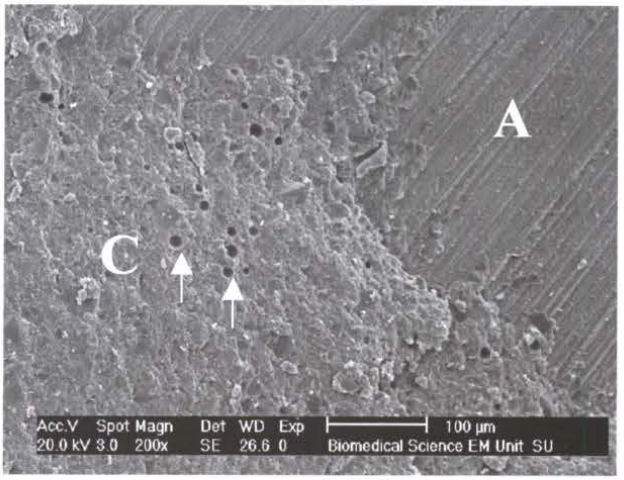


图 4 第 8 组折断标本中代表性的扫描电镜图像，为混合失败（Ⅱ型）。在复合树脂层可见气泡。A. 粘结层；C. 复合树脂，200 倍放大

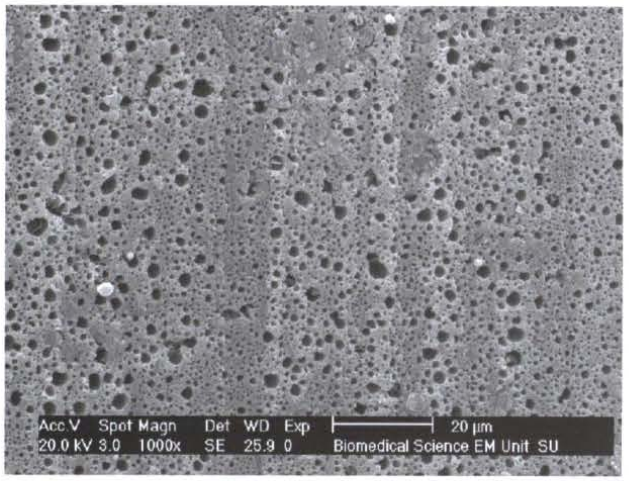


图 5 第 9 组折断标本中代表性的扫描电镜图像，为粘结层的内聚失败（Ⅲ型）。粘结层出现孔状结构。1000 倍放大

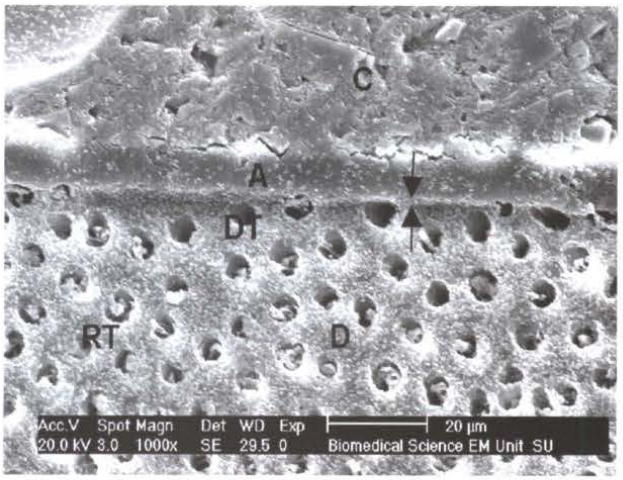


图 6 第 1 组树脂／牙本质界面的扫描电镜照片。C. 复合树脂；A. 粘结层；DT. 空牙本质小管；RT. 树脂突；D. 牙本质。箭头间为薄的混合层。1000 倍放大

设定为 1 个和 4 个标准压。本研究中，轻柔和高空气干燥压力都根据 De Munck 的数据而定，另取中间压力 2.6 个标准压。临床上，难以控制空气干燥压力，因而选取中等压力以便评估粘结剂在真实的临床使用状态下、不同空气干燥压力时的技术敏感性。到牙本质表面的最小距离设定为 2cm，这是根据文献复习所得来的。在最近的一项研究中，选取到牙本质表面的距离为 7cm，这代表了评估自酸蚀一步法粘结时，空气干燥对粘结效果影响的最远距离。本研究的压力试验中，选择了中间距离 5cm 和更远距离 10cm。

本研究的结果表明，空气干燥压力和空气干燥时到牙本质表面的距离都极大影响牛牙本质自酸蚀粘结的微拉伸粘结强度，因此必须否定无效的假设。在距牙本质表面的距离最短时（第 1 组），轻微的空气干燥压力即可产生厚度均一的粘结层。可观察到薄的混合层中有树脂突嵌入（图 6）。薄混合层的出现是自酸蚀粘结的特征（图 6 和图 8）。本实验中一步法自酸蚀粘结剂的 pH 为 2，这属于温和类的自酸蚀粘结剂，这些粘结剂能形成亚微米级的混合层。

另一方面，当距离为 2cm（第 4 和 7 组）时，

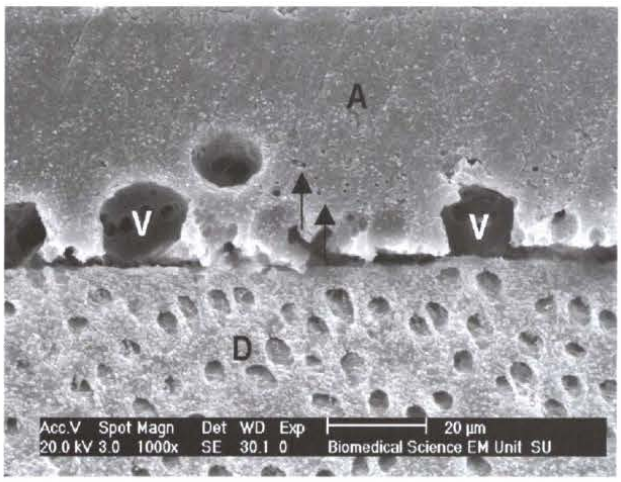


图 7 第 3 组树脂 / 牙本质界面的扫描电镜照片。A. 粘结层；V. 树脂 / 牙本质界面的孔隙；D. 牙本质。箭头指示粘结层内的孔隙。放大倍数为 1000

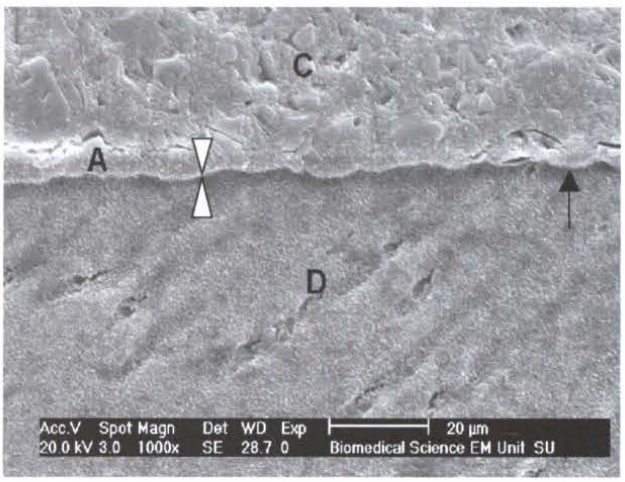


图 8 第 7 组树脂 / 牙本质界面的扫描电镜照片。C. 复合树脂；A. 粘结层；D. 牙本质。两箭头所指处为薄的混合层。黑色箭头处无粘结层。放大倍数为 1000

表 5 失败的类型和实验前失败的牙数

组别	I 型	II 型	III 型	实验前失败数
1	3	21	0	2
2	0	3	21	10
3	0	6	18	8
4	7	17	0	4
5	0	2	22	8
6	0	3	21	6
7	4	20	0	0
8	2	22	0	0
9	5	7	12	4

增加空气干燥压力，并未能探测得树脂突（图 8）。粘结剂固化前吹空气的目的是去除粘结剂中的溶媒。据报道，增加空气干燥压力会过度移除粘结树脂，形成不完全的胶原纤维封套层。过多的空气干燥压力可将牙本质表面的粘结剂吹除，以减少粘结层厚度，使这一层看起来似乎完全消失。本研究使用的自酸蚀粘结剂含 UDMA（二甲基丙烯酸氨基甲酸乙酯），尽管与 bis-GMA（双酚 A- 甲基丙烯酸缩水甘油酯）系统分子量相当，但它是低粘性的。粘结剂中含有低粘性单体可能影响它的最终厚度，并且可以预期，随着空气干燥压力的增加其粘结强度下降。在粘结剂中增加填料的作用是增加粘结强度和改善粘度，因为它可以渗入纤维间的空隙，以取代牙本质处理时丢失的磷灰石结晶和增加混合层的强度。本实验中，在自酸蚀粘结剂内加入填料似乎并不能去除高压力下过多空气稀释的影响。

尽管混合层的厚度和粘结中树脂突的出现，其作用可疑，但是，对于在粘结实验中可能出现的急性脱粘固力，微机械固位具有对抗性。由于粘结层可吸收冲击力，因而缺乏均一、厚度足够的粘结层时，粘结强度值会下降，这就可以解释为什么到牙本质表面距离最短时，随着干燥压力增加，微粘结拉伸强度却在减小。这些结果与先前的研究并不一致，以往研究报道，空气压力变化会增加、减小、或不影响粘结剂与牙本质的粘结强度，实验设计和所使用的粘结剂不同可能是导致研究结果不一致的原因。

混合失败模式的高发生率可能与复合树脂材料中出现气泡有关（图 4），这可能是由于粘结剂溶剂挥发过程中空气储留所致。近粘结剂 / 树脂界面的气泡会增加压力，从而增加复合材料的失败。

到牙本质表面距离为 5cm 时，轻柔和中等的空气干燥压力（第 2 和 5 组）；以及距离为 10cm 时，三组不同的空气干燥压力（第 3、6、9 组），均会降低微拉伸粘结强度值，这可以被形态学发现所解释。这些组均表现出高频率的粘结层内聚失败（III 类），出现多孔结构（图 2 和图 5）或树脂 / 牙本质界面的孔隙可能是这些失败的原因。多孔粘结结构的出现提示，当距离增加，空气干燥的有效性减低，溶媒不能被完全移除。粘结层的水储留对粘结机械强度有不利影响，表现为粘结强度降低。由于水是离子化酸性官能团的必要物质，因此需提供充

足的水来解离酸性单体，但不要过度降低树脂的浓度。本实验中一步法自酸蚀粘结剂中含有 HEMA（甲基丙烯酸羟乙酯）、酒精和水，HEMA 与水紧密结合，不仅降低水蒸气压力，而且可能对酒精有相同的效应。此外，由于水和牙科粘结剂内的有机溶剂蒸发压不同，水蒸发的速率也随之降低。

因而，可以通过增加空气干燥压力来补偿由于到牙本质表面距离的增加而降低的空气干燥效率。这似乎就是第 8 组的情况，树脂 / 牙本质界面的形态学图案与 1 组相同，实验前无失败的标本，混合失败模式（Ⅱ类）的发生率很高（图 4）。微拉伸粘结强度的提高可归因于均一粘结层的出现，它可以吸收冲击力，并使树脂渗入，以对抗微拉伸粘结强度实验中的急性脱粘固力。

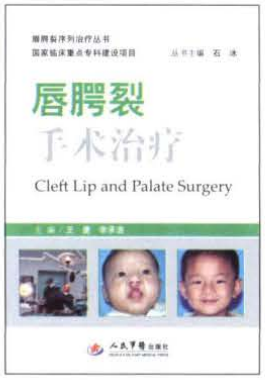
存在的疑问是：本研究结果是否与实验中所用的特定品牌的一步法自酸蚀粘结剂有关，或者所有一步法自酸蚀粘结剂都是如此？

5 结论

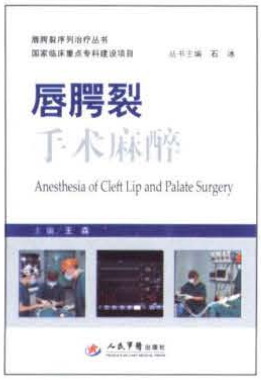
根据我们的微拉伸粘结强度实验数据可知，一步法自酸蚀粘结剂有技术敏感性。空气干燥压力和空气干燥时到牙本质表面的距离对粘结剂的粘结强度都有影响。当处于低压力下时（1 个标准压），三用枪应尽可能的接近牙齿表面；但如果空气干燥压力较高时，距离则应远些。当粘结剂被证实有技术敏感性时，材料的外包装上就应该详细写明粘结操作的标准步骤。

6 致谢

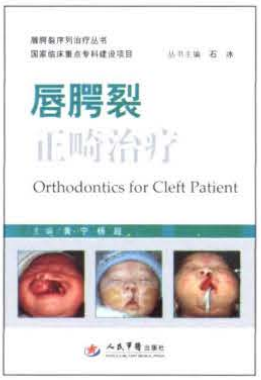
作者在这里想要感谢 VOCO 公司（VOCO 股份有限公司；Cuxhaven，德国）提供牛牙齿和本研究用的实验材料。



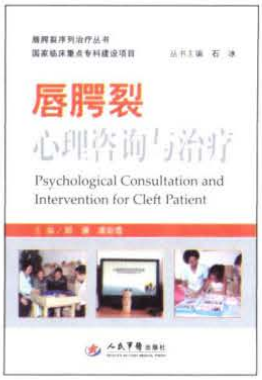
定价：150元



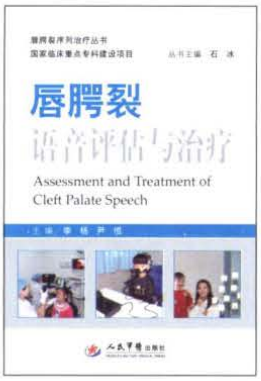
定价：80元



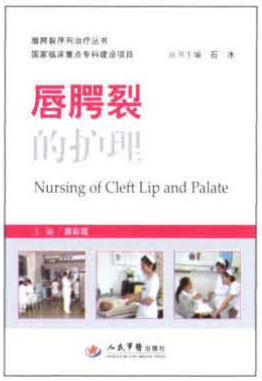
定价：120元



定价：120元



定价：99元



定价：80元

唇腭裂序列治疗丛书
国家临床重点专科建设项目

丛书主编　石冰（华西大学口腔医院）
预计出版时间：2015年1月