

[DOI]10.12016/j.issn.2096-1456.2017.02.005

· 基础研究 ·

纳米羟基磷灰石对托槽粘接剂抗菌性及粘接强度的影响

李振霞^{1,2}, 陈婷婷³, 李沛霖^{1,2}, 薛晶^{1,2}, 张强³

1. 口腔疾病研究国家重点实验室, 四川大学, 四川 成都(610041); 2. 四川大学华西口腔医学院, 四川 成都(610041); 3. 南方医科大学附属深圳市妇幼保健院口腔病防治中心, 广东 深圳(518048)

【摘要】 目的 研究纳米羟基磷灰石及二氧化钛对托槽粘接剂的抗菌性能及粘接强度的影响。方法 在纳米二氧化钛改性的托槽粘接剂(Grengloo)中加入质量分数0%、10%、20%、30%的纳米羟基磷灰石,于离体前磨牙上粘接托槽,测量拉伸粘接强度与粘接剂残留量。粘接树脂制成的圆片试样与菌悬液共培养48 h,测定细菌活性与代谢。结果 2%二氧化钛不影响粘接剂的粘接强度且可提高粘接剂的抗菌性。10%纳米羟基磷灰石使粘接剂的粘接强度明显降低。四组粘接剂残留指数差异无统计学意义。纳米羟基磷灰石无明显抗菌性。结论 纳米羟基磷灰石不能明显提高Grengloo托槽粘接剂的抗菌性,随着其含量的增加粘接强度明显降低。

【关键词】 纳米羟基磷灰石; 二氧化钛; 托槽粘接剂; 抗菌性; 拉伸粘接强度

【中图分类号】 R783.5 **【文献标志码】** A **【文章编号】** 2096-1456(2017)02-093-04

【引用著录格式】 李振霞,陈婷婷,李沛霖,等. 纳米羟基磷灰石对托槽粘接剂抗菌性及粘接强度的影响[J]. 口腔疾病防治, 2017, 25(2): 93-96.

Antibacterial effects and tensile bonding strength of orthodontic adhesive containing nanohydroxyapatite LI Zhen-xia^{1,2}, CHEN Ting-ting³, LI Pei-lin^{1,2}, XUE Jing^{1,2}, ZHANG Qiang³. 1. State Key Laboratory of Oral Diseases, Sichuan University, Chengdu 610041, China; 2. West China School of Stomatology, Sichuan University, Chengdu 610041, China; 3. Shenzhen Maternity & Child Healthcare Hospital, Shenzhen 518048, China

Corresponding author: ZHANG Qiang, Email: 13500052738@163.com, Tel: 0086-755-82889999

【Abstract】 **Objective** To evaluate the tensile bonding strength (TBS) and antibacterial properties when an orthodontic adhesive was added with nanohydroxyapatite (nHAp). **Methods** Light cure orthodontic adhesive (Grengloo) was blended with 2% TiO₂ containing nHAp nanoparticles by 0%、10%、20%、30% (w/w), while the control was not blended with nHAp. Brackets were bonded to extracted premolars by these new adhesives. TBS of 5 groups were determined, and the adhesive remnant index (ARI) scores were assessed. Composite discs specimen were prepared, incubated with bacterial suspension for 48 h, and tested for antibacterial properties. **Results** No significant difference was found in ARI. The colony unit counts and lactate production of the groups containing 2% TiO₂ were significantly reduced. The colony unit counts and lactate production were without relationship with nHAp. The tensile bonding strength drastically decreased when containing more than 10% nHAp. **Conclusion** nHAp might not enhance the antibacterial effects of Grengloo.

【Key words】 Nanohydroxyapatite; TiO₂; Orthodontic adhesive; Antibacterial; Tensile bonding strength

【收稿日期】 2016-06-28; **【修回日期】** 2016-09-30

【基金项目】 深圳市科技基金(JCYJ20140414153916122)

【作者简介】 李振霞,在读研究生, Email: lizhenxiaris@163.com

【通讯作者】 张强,主任医师,博士, Email: 13500052738@163.com

固定矫治采用粘接于牙面上的托槽进行,但托槽结构复杂,再加上弓丝,不利于患者维护口腔卫生,牙面釉质脱矿成为固定正畸中普遍存在的副作用。胡炜等^[1]临床调查发现,59.4%的患者正畸治疗中发生牙釉质脱矿;国外学者调查的比例甚至达到97%^[2]。牙釉质脱矿受日常饮食影响^[3],很大程度上影响了牙齿健康和美观,所以应在正畸临床中积极预防。临床中常对患者进行良好的刷牙指导,甚至用氟化物以预防釉质脱矿。对氟化物过敏者,及依从性较差的患者,具有抗菌性的托槽粘接剂为预防釉质脱矿提供了新思路^[4]。纳米科技的发展为预防龋齿,尤其是控制菌斑、促进釉质再矿化方面提供了新方法^[5]。纳米材料具有小尺寸效应、量子效应、表面控制效应等。在树脂中加入纳米粒子银、二氧化钛、二氧化硅、磷酸钙、氟化物、氧化锌等粒子,可有效抑制生物膜生长并减少脱矿,进而防止龋坏的发生^[6-8]。本课题组通过前期实验发现,Grengloo托槽粘接剂中加入比重2%纳米二氧化钛,可在不影响拉伸粘接强度的同时提高其抗菌性。本实验拟研究纳米羟基磷灰石(nanohydroxyapatite,nHAp)对托槽粘接剂抗菌性及拉伸粘接强度的影响。

1 材料和方法

1.1 材料与仪器

Grengloo绿胶托槽粘接剂(Ormco,美国),纳米二氧化钛(99.8%,5~10 nm,锐钛,亲水亲油型,上海阿拉丁),纳米羟基磷灰石($\geq 97\%$, < 200 nm, Sigma), Gemini MBT托槽(3M Unitek,美国), BHI培养基,乳酸测试盒(南京建成)。光敏灯(E-Mor-Lit,台北), pH计(METTLER TOLEDO,瑞士),分光光度计(Thermo,美国),万能力学测试机(INSTRON,美国)等。

1.2 分组

根据材料成分含量共分为5组:2%TiO₂ + 0% nHAp组、2%TiO₂ + 10% nHAp组、2%TiO₂ + 20% nHAp组、2%TiO₂ + 30% nHAp组、0%TiO₂ + 0% nHAp空白对照组。在绿胶粘接剂中加入纳米粒子,避光搅拌2 min(转速1 5000 r/min)。

1.3 抗菌实验

收集志愿者非刺激性全唾液1 mL,男女各4名。纳入标准:志愿者牙齿无活跃龋,无牙周疾病,近3个月无抗生素使用史。将唾液混合,BHI液体培养基稀释至1%,制成菌悬液。制备直径

7.5 mm、厚1.2 mm的树脂圆片试样,每组6个样本,光固化。

将试样与2 mL菌悬液在24孔板中共培养48 h(80% N₂, 10% H₂, 10% CO₂, 37 °C)。24 h时试样用BHI液体培养基漂洗,除去表面松散的细菌并更换培养基。48h后将试样至于含2 mL BHI培养基离心管中,超声振荡5 min(40 Hz)收集其表面生物膜。取1 mL菌悬液培养24 h,测定PH值,乳酸产生量,将菌悬液稀释100倍,取20 μ L于BHI-S平板培养24 h进行菌落计数。

1.4 拉伸粘接强度与粘接剂残留指数

托槽沿牙体长轴粘接于离体前磨牙颊面牙冠中心。万能力学测试机测定拉伸粘接强度(tensile bonding strength, TBS),加载速度为1 mm/min。计算公式为:TBS = P/S(MPa)。其中TBS为拉伸粘接强度,P为最大载荷(N),S为托槽底板面积11.29 mm²。牙面残留粘接剂采用Artun的方法进行评分:牙面无树脂残留记为0分;树脂残留少于50%记为1分;树脂残留大于50%记为2分;树脂完全残留记为3分^[9]。

1.5 统计学方法

数据分析使用SPSS 17.0软件。拉伸粘接强度、pH值、乳酸产生量、菌落计数采用单因素方差分析,组间比较采用最小显著性差异法。粘接剂残留指数采用卡方检验。检验水准 $\alpha = 0.05$,双侧检验。

2 结果

加入2%TiO₂的组乳酸产生量及菌落计数明显减少,但不同nHAp含量的组间乳酸产生量和菌落计数差异无统计学意义($P > 0.05$)(表1,图1、图2)。2%TiO₂对粘接剂的粘接强度无明显影响,加入nHAp的组粘接剂拉伸粘接强度与空白组比较差异均有统计学意义($P < 0.05$)(表1,图3)。各组粘接剂的粘接剂残留指数差异无统计学意义($P > 0.05$)(表2)。

3 讨论

固定矫治器的托槽与钢丝加大了正畸患者维护口腔卫生的难度。矫治器周围菌斑的堆积导致牙面尤其是托槽边缘牙釉质发生脱矿的风险明显提高^[10]。对此,目前临床上的预防方法多为使用含氟牙膏与漱口水^[4],定期涂布氟化物也具有一定的疗效。

表1 不同组别的乳酸、菌落计数、拉伸粘接强度($\bar{x} \pm s$)

Table 1 Lactate production, CFU and TBS of different groups

分组	乳酸(mmol/L)	菌落计数	拉伸粘接强度(MPa)
0%nHAp + 0%TiO ₂	88.79 ± 6.18	156.17 ± 37.00	9.85 ± 1.04
0%nHAp + 2%TiO ₂	65.28 ± 7.99(0.000)	62.50 ± 6.95(0.000)	8.85 ± 0.44(0.257)
10%nHAp + 2%TiO ₂	71.01 ± 8.77(0.000)	80.67 ± 25.21(0.000)	6.72 ± 0.99(0.002)
20%nHAp + 2%TiO ₂	68.86 ± 6.51(0.000)	75.33 ± 23.45(0.000)	3.92 ± 2.21(0.000)
30%nHAp + 2%TiO ₂	71.55 ± 5.72(0.000)	74.67 ± 17.15(0.000)	0.95 ± 0.11(0.000)

注 0%nHAp + 0%TiO₂为空白对照组。括号中标注为与对照组相比的P值。

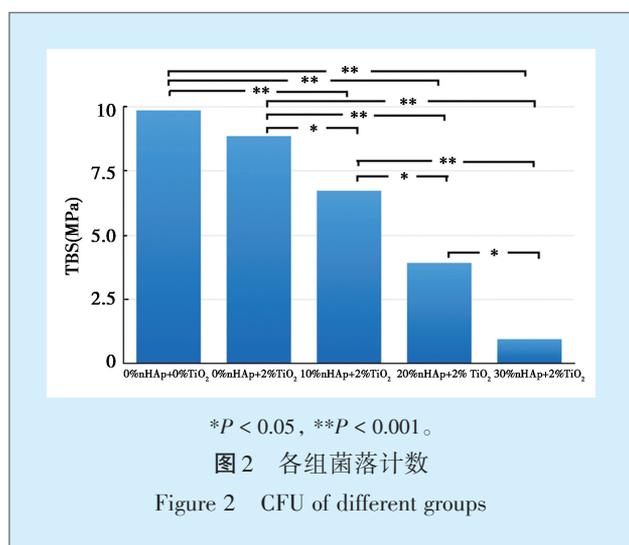
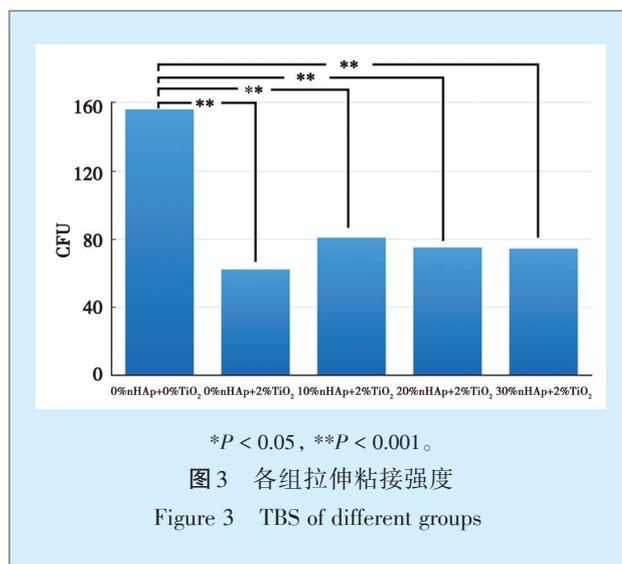
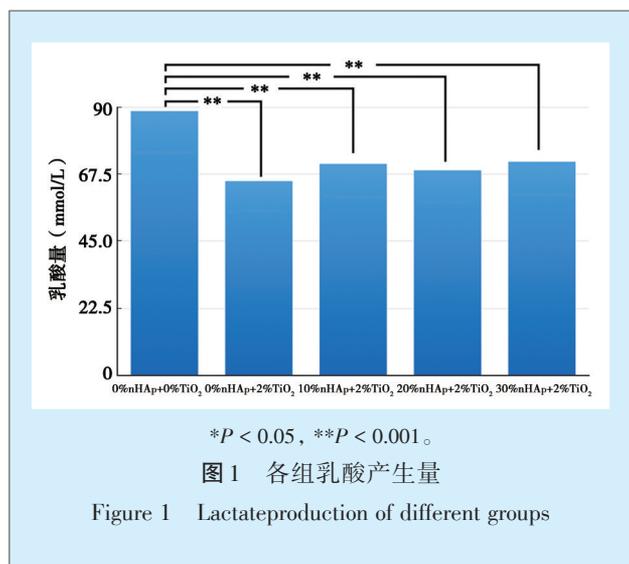


表2 各组粘接剂残留指数

Table 2 Adhesive remnant index of different groups

分组	粘接剂残留指数				合计
	0	1	2	3	
0%nHAp + 0%TiO ₂	1	2	1	0	4
0%nHAp + 2%TiO ₂	0	2	2	0	4
10%nHAp + 2%TiO ₂	0	0	2	2	4
20%nHAp + 2%TiO ₂	0	1	1	2	4
30%nHAp + 2%TiO ₂	0	0	0	4	4
合计	1	5	6	8	20

注 卡方检验结果 P = 0.137, 差异无统计学意义。

随着纳米技术的发展,越来越多的研究者尝试牙科充填树脂中加入一定量的氟化物、金属氧化物、磷酸钙、氯己定、季铵盐等纳米粒子,可以有效的抑制窝洞边缘菌斑的生长,防御细菌对釉质与牙本质的入侵,从而不影响粘接强度的情况下提高其抗菌性^[11-14]。正畸粘接剂中加入纳米粒子如纳米二氧化钛、季铵盐等物质,可有效提高

粘接剂的抗菌性^[15-16]。Cheng等^[17]利用纳米非晶磷酸钙、纳米氟化钙、氯己定对树脂粘接剂进行改良,取得了良好的抗菌效果。具有再矿化作用的物质如磷酸钙、氟化物等添加到粘接剂中,可有效的释放钙、磷、氟等离子,进而促进釉质再矿化,起到防脱矿效果^[17-19]。Melo等^[13]将纳米银与纳米非晶磷酸钙加入树脂充填材料中,在不影响材料粘接强度的同时,显著地抑制了菌斑生物膜的活力、产酸能力。许乾慰等^[20]在单组分的正畸粘接剂中加入40%羟基磷灰石填料,很好地增加了剪切强度。

本实验在绿胶托槽粘接剂中加入直径不超过200 nm的羟基磷灰石与直径5~10 nm的纳米二氧化钛,并在高速下混合,保证了纳米粒子均匀分散,以期减少其对粘接剂性能的影响。纳米二氧化钛具有持久的抗菌性,且抗菌能力强,抗菌效率也较高。本课题组前期研究发现加入2%纳米二氧化钛,可在不影响拉伸粘接强度的同时提高其抗菌性^[21]。本实验尝试利用羟基磷灰石提高粘接剂的防脱矿效果。然而本实验采用的是物理方法,直接将纳米羟基磷灰石与粘接剂混合,粘接强度明显降低。只有在10% nHAp加入时,粘接强度在临床接受范围内。釉质的再矿化是在一个组成与结构复杂且不断变化的环境中进行的,其过程钙包括盐沉积,还包括钙盐的结晶和晶体的外延生长^[22]。纳米羟基磷灰石是临床商品化的骨组织工程支架材料,具有良好的生物相容性和优越的机械性能^[23],此外还可释放钙、磷离子,有利于釉质的再矿化。所以利用纳米二氧化钛的抗菌性与纳米羟基磷灰石的再矿化作用,理论上可以研制新型的具有防治釉质脱矿的托槽粘接剂。

综上所述,纳米羟基磷灰石对粘接剂抗菌性无明显提高,当羟基磷灰石含量超过10%,托槽粘接剂的粘接强度明显降低。

参考文献

- [1] 胡炜,傅民魁,谢以岳,等. 口腔正畸固定矫治器应用中牙釉质脱矿的临床调查[J]. 中华口腔正畸学杂志, 2001, 8(suppl1): 51-54.
- [2] Boersma JG, van der Veen MH, Lagerweij MD, et al. Caries prevalence measured with QLF after treatment with fixed orthodontic appliances: influencing factors[J]. Caries Res, 2005, 39(1): 41-47.
- [3] 孙晓玲,王鹏,曹玉梅,等. 不同乳制(饮品)对离体乳牙牙釉质脱矿作用的比较研究[J]. 口腔疾病防治, 2016, 24(10):574-577.
- [4] Derks A, Katsaros C, Frencken JE, et al. Caries-inhibiting effect of preventive measures during orthodontic treatment with fixed appliances. A systematic review[J]. Caries Res, 2004, 38(5): 413-420.
- [5] Hannig M, Hannig C. Nanomaterials in preventive dentistry[J]. Nat Nanotechnol, 2010, 5(8): 565-569.
- [6] Cheng L, Zhang K, Weir MD, et al. Nanotechnology strategies for antibacterial and remineralizing composites and adhesives to tackle dental caries[J]. Nanomedicine (Lond), 2015, 10(4): 627-641.
- [7] Borzabadi-Farahani A, Borzabadi E, Lynch E. Nanoparticles in orthodontics, a review of antimicrobial and anti-caries applications [J]. Acta Odontol Scand, 2014, 72(6): 413-417.
- [8] 刘子哈,郑红,徐疾,等. 牙齿脱敏剂对釉质再矿化的体外研究[J]. 实用医学杂志, 2016, 32(12):1930-1933.
- [9] Artun J, Bergland S. Clinical trials with crystal growth conditioning as an alternative to acid-etch enamel pretreatment[J]. Am J Orthod, 1984, 85(4): 333-340.
- [10] Chang HS, Walsh LJ, Freer TJ. Enamel demineralization during orthodontic treatment. Aetiology and prevention[J]. Aust Dent J, 1997, 42(5): 322-327.
- [11] Melo MA, Morais WA, Passos VF, et al. Fluoride releasing and enamel demineralization around orthodontic brackets by fluoride-releasing composite containing nanoparticles[J]. Clin Oral Investig, 2014, 18(4): 1343-1350.
- [12] Elsaka SE, Hamouda IM, Swain MV. Titanium dioxide nanoparticles addition to a conventional glass-ionomer restorative: influence on physical and antibacterial properties[J]. J Dent, 2011, 39(9): 589-598.
- [13] Melo MA, Cheng L, Zhang K, et al. Novel dental adhesives containing nanoparticles of silver and amorphous calcium phosphate [J]. Dent Mater, 2013, 29(2): 199-210.
- [14] Ryu HS, Bae IH, Lee KG, et al. Antibacterial effect of silver-platinum coating for orthodontic appliances[J]. Angle Orthod, 2012, 82(1): 151-157.
- [15] Melo MA, Wu J, Weir MD, et al. Novel antibacterial orthodontic cement containing quaternary ammonium monomer dimethylaminododecyl methacrylate[J]. J Dent, 2014, 42(9): 1193-1201.
- [16] Poosti M, Ramazan-zadeh B, Zebajad M, et al. Shear bond strength and antibacterial effects of orthodontic composite containing TiO₂ nanoparticles[J]. Eur J Orthod, 2013, 35(5): 676-679.
- [17] Cheng L, Weir MD, Xu HH, et al. Antibacterial and physical properties of calcium-phosphate and calcium-fluoride nanocomposites with chlorhexidine[J]. Dent Mater, 2012, 28(5): 573-583.
- [18] Lin J, Zhu J, Gu X, et al. Effects of incorporation of nano-fluorapatite or nano-fluorohydroxyapatite on a resin-modified glass ionomer cement[J]. Acta Biomater, 2011, 7(3): 1346-1353.
- [19] Moshaverinia A, Ansari S, Moshaverinia M, et al. Effects of incorporation of hydroxyapatite and fluoroapatite nanobioceramics into conventional glass ionomer cements (GIC) [J]. Acta Biomater, 2008, 4(2): 432-440.
- [20] 许乾慰,姚畅旺,葛永静. 单组分可见光固化齿科正畸粘接剂力学性能研究[J]. 化学推进剂与高分子材料, 2007, (2): 55-59.
- [21] 李振霞,薛晶,陈婷婷,等. 纳米二氧化钛对正畸粘接剂抗菌性与拉伸粘接强度的影响[J]. 口腔医学, 2016, 36(7): 591-594.
- [22] 郑翼,邹玲,李伟. 五倍子化学组分对脱矿牙釉质再矿化的影响[J]. 广东牙病防治, 2013, 21(7): 359-363.
- [23] 宋华,任向前,未东兴. 纳米羟基磷灰石对缺损骨再生的影响[J]. 中国组织工程研究, 2015, 19(8): 1155-1159.

(编辑 全春天,刘从华)