

[DOI] 10.12016/j.issn.2096-1456.2017.12.006

· 基础研究 ·

# 聚合瓷表面不同处理方式对其与金属托槽粘接效果的影响

姬莉<sup>1</sup>, 朱志农<sup>2</sup>, 连文伟<sup>1</sup>, 李东方<sup>1</sup>

1. 南昌大学附属口腔医院口腔修复科, 江西南昌(330006); 2. 南昌大学附属口腔医院口腔颌面外科, 江西省口腔生物医学重点实验室, 江西南昌(330006)

**【摘要】** 目的 探讨4种不同表面处理方式对聚合瓷与金属托槽粘接效果的影响。方法 制作45个聚合瓷试件块,从中挑选40个并根据表面处理方式的不同随机分为5组。A组:不做任何处理;B组:采用质量分数为9.6%的氢氟酸凝胶酸蚀;C组:质量分数为9.6%的氢氟酸凝胶酸蚀后联合涂布硅烷偶联剂;D组:质量分数为35%的磷酸凝胶酸蚀;E组:质量分数为35%的磷酸凝胶酸蚀后联合涂布硅烷偶联剂,各组处理后与金属托槽粘接。试件置入37℃恒温水浴箱内24h,随后进行冷热水温度循环500次(5~55℃),完成后取出试件测量抗剪切强度,并统计剪切后试件块表面材料破损情况及粘接剂残留指数(adhesive remnant index, ARI)。**结果** 各组抗剪切强度值分别为:对照组为3.24 MPa、氢氟酸酸蚀处理组为7.24 MPa、氢氟酸联合涂布硅烷偶联剂组为10.78 MPa、磷酸酸蚀组为4.17 MPa、磷酸联合涂布硅烷偶联剂处理组为6.84 MPa,各组间抗剪切强度比较均有统计学差异( $P < 0.001$ )。氢氟酸联合涂布硅烷偶联剂组在去粘接后聚合瓷折裂率较其它四组高。**结论** 质量分数为35%的磷酸联合使用硅烷偶联剂处理聚合瓷表面,既达到临床所需有效粘接强度,又在去粘接后减少聚合瓷破损率,故临床推荐使用。

**【关键词】** 聚合瓷; 正畸; 金属托槽; 表面处理; 抗剪切强度

**【中图分类号】** R783.5 **【文献标识码】** A **【文章编号】** 2096-1456(2017)12-0779-05

**【引用著录格式】** 姬莉,朱志农,连文伟,等. 聚合瓷表面不同处理方式对其与金属托槽粘接效果的影响[J]. 口腔疾病防治, 2017, 25(12): 779-783.

**Effect of different treatment methods of polymeric porcelain surface on its adhesion to metal brackets** JI

Li<sup>1</sup>, ZHU Zhinong<sup>2</sup>, LIAN Wenwei<sup>1</sup>, LI Dongfang<sup>1</sup>. 1. Department of Prothodontics, The Affiliated Stomatological Hospital of Nanchang University, Nanchang 330006, China; 2. Department of Oral and Maxillofacial Surgery, The Affiliated Stomatological Hospital of Nanchang University; The Key Laboratory of Oral Biomedicine, Nanchang 330006, China

Corresponding author: LIAN Wenwei, Email: 656842584@qq.com, Tel: 0086-791-86235863

**【Abstract】 Objective** To analyze and discuss the effect of 4 different surface treatment methods on the bonding effect between polymerization porcelain and metal brackets. **Methods** 45 polymer-ceramics specimens were made and 40 of them were selected and randomly divided into 5 groups according to different surface treatment methods. A group: surface without special treatment. B group: 9.6% hydrofluoric acid gel combine with bonding agent, C group: 9.6% hydrofluoric acid gel combine with silane, D group: 35% phosphoric acid gel combine with bonding agent, E group: 35% phosphoric acid gel combine with silane. All specimens were stored in water for 24 hours at 37℃ after bonding 10 minutes and then cycled 500 cycles (5℃ to 55℃). To measure the shear bonding strength and record the damage cases and the adhesive remnant index. **Results** The shear strength values were: 3.24 in the control group, 7.24 MPa in the hydrofluoric acid etching treatment group, 10.78 MPa in the hydrofluoric acid gel combined with silane group, 4.17 MPa

**【收稿日期】** 2017-02-21; **【修回日期】** 2017-04-23

**【基金项目】** 江西省自然科学基金资助项目(20161BAB205231)

**【作者简介】** 姬莉,住院医师,硕士, Email: sdlej1517@126.com

**【通信作者】** 连文伟,主任医师,硕士, Email: 656842584@qq.com; 李东方,副主任医师,硕士, Email: susandongfang@126.com

in the phosphoric acid-only group, 6.84 MPa in the phosphoric acid gel combined with silane group. The results of each group were statistically different from those of the other four groups ( $P < 0.001$ ). The rate of breakage after the removal of brackets of the hydrofluoric acid gel combined with silane group is higher than the others. **Conclusion** As to the high shear bonding strength and low rate of breakage after the removal of brackets, we recommend 35% phosphoric acid etching combining with silane coupling agent in clinical.

**【Key word】** Polymeric porcelain; Orthodontic; Metal brackets; Surface treatment; Shear strength

目前,随着患者审美观念的提高,不含金属的修复体被广泛应用于临床<sup>[1]</sup>,聚合瓷为一种光固化类瓷树脂,其内含有微细瓷成分,硬度高,表面抛光性能及边缘封闭性好,收缩率低,具有树脂与瓷的双重优点<sup>[2]</sup>,且少量材料临床即可光照固化,既满足全冠所需强度,又可解决修复体破损后口内不易修补的问题,为患者及临床医生提供方便,是目前临床常用的含瓷树脂修复材料。因此临床上常可遇见佩戴不含金属的聚合瓷修复体的正畸患者,如何将正畸托槽有效粘接于此类修复体表面是目前修复及正畸医生临床亟待解决的问题。

本研究旨在通过实验分析在聚合瓷材料表面选用何种表面处理方式可得到最佳临床有效粘接强度并且不影响聚合瓷材料本身强度及美观,为临床工作提供实验依据。

## 1 材料和方法

### 1.1 材料

标准六边形空心模具厚度为4 mm,将自凝塑料(上海齿科材料公司)填入标准六边形模具内,待完全硬固后在其中心处制备8 mm × 8 mm 正方形,使其形成8 mm × 8 mm × 4 mm 的长方体。将Ceramage聚合瓷(日本松风公司)分层填充于45个模具中,每填充0.8 mm厚光照一次,直至填充完全,最后使用抛光膏抛光完成,试件均由同一技师制作。在10倍显微镜下(CX21,奥林巴斯日本)挑选表面无缺损无气泡无突起的试件40个。

### 1.2 分组

将40个聚合瓷试件按照不同表面处理方式随机分为5组,每组8个,首先在其表面使用75%酒精擦拭清洗后吹干。对照组(A组)表面不做特殊处理。氢氟酸酸蚀组(B组):质量分数为9.6%的氢氟酸凝胶(美国PULPDENT公司)酸蚀聚合瓷试件表面2 min,酸蚀面稍大于金属托槽(杭州新亚齿

科材料有限公司)的基底面面积,蒸馏水持续冲洗20 s后吹干。氢氟酸酸蚀联合硅烷偶联剂组(C组):质量分数为9.6%的氢氟酸凝胶酸蚀处理同B组,再在酸蚀后试件表面涂布硅烷偶联剂(美国PULPDENT公司)静置60 s。磷酸酸蚀组(D组):质量分数为35%的磷酸凝胶(美国PULPDENT公司)酸蚀聚合瓷试件表面1 min,其余处理同B组。磷酸酸蚀联合硅烷偶联剂组(E组):质量分数为35%的磷酸凝胶酸蚀处理同D组,再在酸蚀后试件表面涂布硅烷偶联剂静置60 s。将Transbond XT粘质粘接剂(美国3M公司)涂一薄层于处理后的聚合瓷表面及金属托槽底面,然后将树脂粘接剂(美国3M公司)放置于金属托槽基底面,使用500 g砝码加压10 s,用尖探针去除金属托槽周围多余的粘接剂,使用光固化灯(75 Colortalk,瑞士Coltalux公司)在托槽近远中向、颊向及龈向各光照10 s。

### 1.3 托槽抗剪切强度测试

将聚合瓷托槽试件放置于37 °C恒温水浴箱(广州医疗器械有限公司)内24 h。随后进行冷热水温度循环500次(5 ~ 55 °C)。将处理完成的试件置于万能测力机(INSTRON®2343,美国)上并以1 mm/min的剪切速度自上而下进行加载,记录托槽被剪下时的瞬间力值(N),计算得出剪切强度(MPa)<sup>[3]</sup>。

### 1.4 记录去粘接后聚合瓷面粘接剂残留情况

按照粘接剂残留量进行评分。0分:聚合瓷表面无粘接剂残留;1分:聚合瓷表面粘接剂残留不大于1/3;2分:聚合瓷表面粘接剂残留大于1/3但不超过2/3;3分:聚合瓷表面粘接剂残留大于2/3;4分:聚合瓷表面残留全部粘接剂。

### 1.5 粘接面破坏情况

当粘接界面受到应力作用时,由于粘接剂及被粘接体内聚强度的差异,粘接界面会出现四种断裂形式:(1)被粘体的内聚破坏:当聚合瓷材料

自身机械强度小于粘接强度时所产生的破坏模式;(2)界面破坏:聚合瓷自身机械强度与粘接强度相当时在粘接界面上的破坏;(3)粘接剂内聚破坏:指发生在粘接树脂内的破坏;(4)混合破坏:指上述破坏形式同时存在。其中较为理想的破坏形式为内聚破坏或混合破坏,此类破坏形式说明所获得的粘接强度高于粘接剂或被粘体本身的机械性能。

### 1.6 扫描电镜观察聚合瓷表面显微结构

分别对不同表面处理组聚合瓷试件进行超声清洗 10 min,使用JFC-1600离子溅射仪镀膜喷金后,扫描电子显微镜(JSM-6701F,日本电子株式会社)观察 1 000 倍下聚合瓷表面微观显微结构的差异。

### 1.7 统计学分析

使用SPSS 17.0对实验数据进行单因素方差分析,每两组间采用LSD检验方法进行比较。

## 2 结果

### 2.1 托槽抗剪切强度

不同表面处理方式下抗剪切强度(表1),聚合瓷表面单独使用质量分数为9.6%的氢氟酸凝胶(B组)、质量分数为35%的磷酸凝胶联合涂布硅烷偶联剂(E组)及质量分数为9.6%的氢氟酸联合涂布硅烷偶联剂(C组)后粘接金属正畸托槽均可达到临床所需剪切强度(6~8 Mpa),其中以联合使用氢氟酸和硅烷偶联剂(C组)的抗剪切强度最高。单独使用质量分数为35%的磷酸酸蚀(D组)聚合瓷表面并不能达到临床正畸所需最低粘接强度。5组不同表面处理方式下的抗剪切强度有统计学差异( $F = 17479.568, P < 0.001$ )。

表1 金属托槽与聚合瓷粘接后剪切强度

Table 1 Shear Bond Strength (MPa) between metal brackets and ceramage under different surface treatments  $n = 8$ , MPa

组别	均值 ± 标准差	均值的 95% 置信区间	
		下限	上限
A	3.238 ± 0.066	3.183	3.293
B	7.244 ± 0.059 <sup>1)</sup>	7.194	7.294
C	10.778 ± 0.066 <sup>1)2)</sup>	10.723	10.832
D	4.173 ± 0.060 <sup>1)2)3)</sup>	4.123	4.223
E	6.841 ± 0.066 <sup>1)2)3)4)</sup>	6.786	6.895

注 A组:对照组;B组:氢氟酸酸蚀组;C组:氢氟酸酸蚀联合硅烷偶联剂组;D组:磷酸酸蚀组;E组:磷酸酸蚀联合硅烷偶联剂组。1): $P < 0.001$  vs A组;2): $P < 0.001$  vs B组;3): $P < 0.001$  vs C组;4): $P < 0.001$  vs D组。

### 2.2 观察粘接界面的破坏形式

本实验中各组试件破坏形式和数量(表2)。经显微镜观察剪切后试件表面可见:A、D组属于界面破坏,剪切后的聚合瓷表面均无粘接剂残留,而B、C、E组试件断裂界面均出现了聚合瓷的内聚破坏。

表2 5组试件粘接界面破坏形式统计

Table 2 Statistical analysis of the five groups of specimens interface failure mode  $n = 8$

组别	破坏形式			
	被粘体的内聚破坏	界面破坏	粘接剂内聚破坏	混合破坏
A	0	8	0	0
B	5	0	0	3
C	8	0	0	0
D	0	8	0	0
E	1	7	0	0

注 A组:对照组;B组:氢氟酸酸蚀组;C组:氢氟酸酸蚀联合硅烷偶联剂组;D组:磷酸酸蚀组;E组:磷酸酸蚀联合硅烷偶联剂组。

### 2.3 记录和分析去粘接后各组的粘接剂残留指数

实验结果显示,聚合瓷在不同表面处理方式下,A组及D组的粘接剂残留指数积分最低,断裂面均在聚合瓷与树脂界面,试件表面无粘接剂残留。B组聚合瓷表面有残留粘接剂,且具有较高的粘接剂残留指数积分,除A组及D组,其余3组均有聚合瓷折裂现象发生(表3)。

表3 金属托槽去粘接后聚合瓷表面的粘接剂残留指数

Table 3 Adhesive remnant index of the ceramage polymer-ceramics surface after the removal of brackets

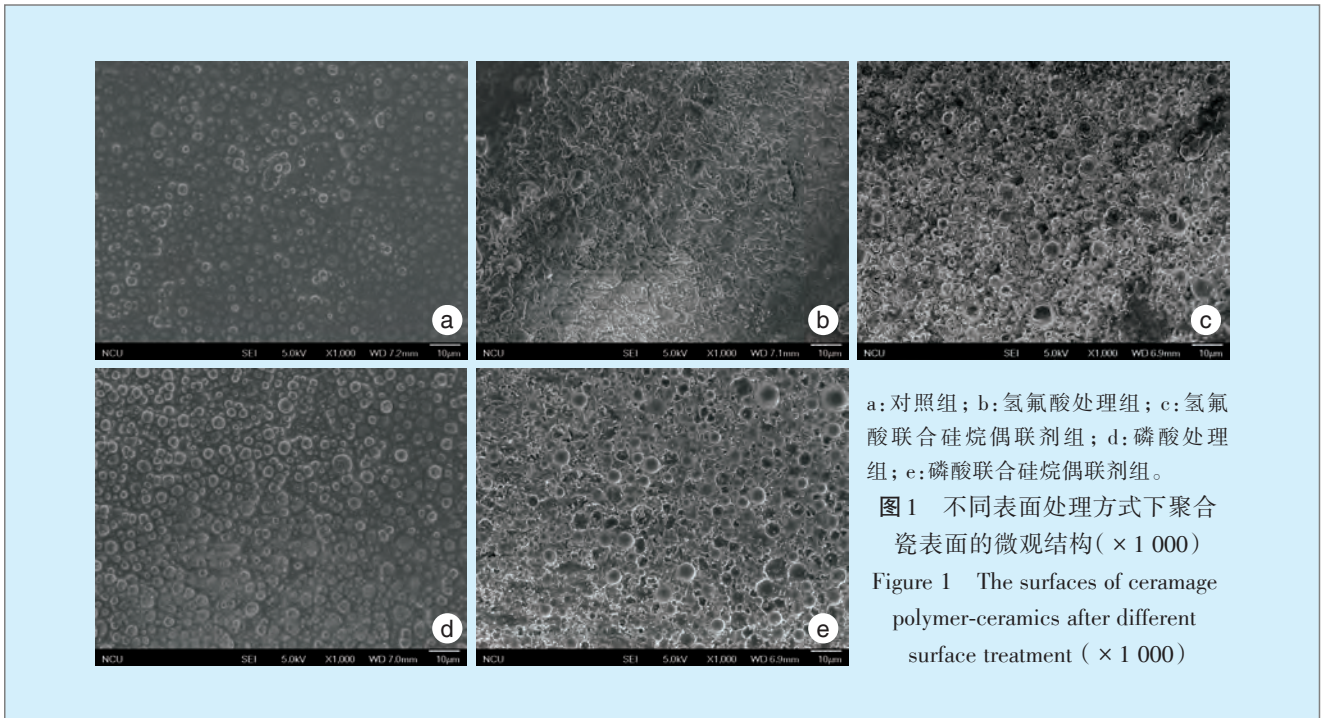
组别	粘接剂残留指数					聚合瓷折裂
	0分	1分	2分	3分	4分	
A	8	0	0	0	0	0
B	0	1	2	0	0	5
C	0	0	0	0	0	8
D	8	0	0	0	0	0
E	7	0	0	0	0	1

注 A组:对照组;B组:氢氟酸酸蚀组;C组:氢氟酸酸蚀联合硅烷偶联剂组;D组:磷酸酸蚀组;E组:磷酸酸蚀联合硅烷偶联剂组。

### 2.4 扫描电镜下观察不同表面处理后的聚合瓷试件

通过电镜观察 1 000 倍下的聚合瓷试件表面(图1),可见经氢氟酸酸蚀后表面部分基质溶解,呈现大小不一的蜂窝状结构,表面粗糙度增加;质量分数为35%磷酸酸蚀后的表面无明显蚀刻。





### 3 讨论

聚合瓷为一种新型微瓷聚合系统,其中含有73%的微细瓷成分,硬度更接近天然牙牙釉质,不仅大大降低了对颌牙的磨耗,而且提高了材料的韧性,改善了瓷修复质地脆及硬的物理缺陷<sup>[4]</sup>。聚合瓷修复体不含金属内冠,避免了龈染色及透光性差等美观问题,且制作较简单,当修复体折裂时,少量材料可直接进行口内光照固化修补<sup>[5]</sup>,故被越来越多地应用于临床。目前,对于佩戴聚合瓷修复体的正畸患者,不同的聚合瓷表面处理方式使其与正畸托槽间的粘接强度也不同,何种表面处理方式既能达到临床有效粘接强度又能对聚合瓷材料本身损坏最小需要进一步的研究。

有学者<sup>[6-7]</sup>研究得出对修复体打磨、喷砂虽然在一定程度上能提高金属托槽与修复体之间的粘接强度,但如果喷砂压力及砂粒直径大、持续时间长,可引起粘接表面形成较深的凹陷及裂纹,丧失了釉瓷的完整性,在治疗完成后去粘接时易发生修复体折裂,同时影响修复体美观。

酸蚀处理粘接面是现阶段应用较为广泛的增强粘接面与树脂间粘接力方法。目前临床上常用的酸蚀剂是质量分数为35%的磷酸和9.6%的氢氟酸。单独使用质量分数为35%的磷酸凝胶酸蚀及9.6%的氢氟酸凝胶酸蚀均能提高聚合瓷与金属托槽间的粘接强度。磷酸酸蚀剂常被用来处理牙釉质表面,但单独使用对于硅酸盐类陶瓷及

非硅酸盐类陶瓷作用效果并不明显。本实验通过对聚合瓷表面采用质量分数为35%的磷酸凝胶处理,经扫描电镜观察,聚合瓷表面结构无明显变化,无法形成有效的显微固位结构。但实验结果显示磷酸处理组也在一定程度上提高了粘接强度,这一结果与Pannes等<sup>[8-9]</sup>学者的研究结论相类似,认为磷酸可酸化碱性粘接面,并去除表面有机残留污染物,增加粘接强度。

氢氟酸常被用作硅酸盐类陶瓷表面处理剂,并且被认为是酸蚀方法中对瓷面处理最有效的。氢氟酸作用于硅酸盐类陶瓷表面后能够将瓷表面玻璃基质中的硅溶解,暴露晶体结构,同时粗化瓷表面,进而获得更高的粘接强度<sup>[10-11]</sup>。但氢氟酸作为一种腐蚀性强酸,在临床使用过程中可能会造成粘膜及软组织灼伤。通过实验得出,经扫描电镜观察使用质量分数为9.6%的氢氟酸凝胶处理后的聚合瓷表面,其表面出现晶体结构的暴露,并使聚合瓷材料表面部分基质溶解,增加了表面粗糙度,进而增加了粘接强度,国内学者<sup>[12]</sup>通过实验也得出相类似的结论。通过与硅烷偶联剂联合使用,粘接强度得到了明显增强,但去粘接时聚合瓷破损率明显升高。

硅烷偶联剂常被用于传统硅酸盐类陶瓷与树脂的粘接中,并被学者证实使用硅烷偶联剂可有效提高粘接强度<sup>[13-14]</sup>。也有学者研究认为硅烷偶联剂的存在可有可无,使用其并不一定能提高粘

接强度<sup>[15]</sup>。本实验结果得出,聚合瓷材料表面使用硅烷偶联剂可明显提高聚合瓷与金属托槽间粘接强度,这一结果也间接证明了聚合瓷材料中含有硅成分。

目前,大部分学者研究得出粘接强度为6~8 MPa即可满足临床正畸治疗的需要。粘接强度过高在去除粘接后修复体破损率会增加。本实验中,仅对照组及质量分数为35%的磷酸凝胶酸蚀处理组未达到有效粘接强度,粘接面的破坏形式为界面破坏,表面无树脂粘接剂残留,其余3组均达到临床正畸治疗所需粘接强度,在质量分数为9.6%的氢氟酸凝胶酸蚀组断裂面为被粘体内聚破坏和混合破坏,这说明氢氟酸可对聚合瓷材料进行有效的处理;氢氟酸联合涂布硅烷偶联剂组的破坏形式均为被粘体的内聚破坏,即采用此种表面处理方法后粘接强度高于聚合瓷材料本身的机械强度,也表明硅烷偶联剂的使用可增强聚合瓷与树脂粘接剂间的粘接强度,但由于此处理方式造成的去粘接时的高破损率,临床不推荐使用;磷酸联合使用硅烷偶联剂组为界面破坏和被粘体内聚破坏,但以界面破坏为主,此种处理方法在去粘接时材料破损率最低,故推荐使用。

综上,聚合瓷经4种不同表面处理方式处理后得出质量分数为35%的磷酸联合涂布硅烷偶联剂组粘接强度在达到临床有效粘接强度的同时,在正畸治疗完成去除托槽后聚合瓷材料折裂率最低。但由于实际口腔环境复杂,正畸托槽所受外力的方向及性质不同,口腔内环境的复杂多变及材料老化等因素的影响,致使体外实验无法完全准确模拟临床效果。正畸托槽材料、底板形态、树脂粘接剂的选择及不同偶联剂的使用对聚合瓷与正畸托槽间的粘接强度仍有待进一步的研究。

#### 参考文献

[1] Villarroel M, Fahl N, De Sousa AM, et al. Direct esthetic restora-

tions based on translucency and opacity of composite resins[J]. *J Esthet Restor Dent*, 2011, 23(2):73-87.

- [2] Newman SM, Dressler KB, Grenadier MR. Direct bonding of orthodontic brackets to esthetic restorative materials using a silane[J]. *Am J Orthod*, 1984, 86(6): 503-506.
- [3] Heintze SD, Zimmerli B. Relevance of in vitro tests of adhesive and composite dental materials. A review in 3 parts. Part 3: in vitro tests of adhesive systems[J]. *Schweiz Monatsschr Zahnmed*, 2011, 121(11):1024-1040.
- [4] 米宇菁, 冯云霞, 鲍萍萍, 等. 不同表面处理方式对金属托槽与瓷面黏结效果的影响[J]. *山西医药杂志*, 2013, 42(13): 750-751.
- [5] 滕吉利, 骆琳, 梁星, 等. Ceramage 聚合瓷冠边缘适合性和抗折强度的研究[J]. *国际口腔医学杂志*, 2010, 37(3): 277-279.
- [6] Hallmann L, Ulmer P, Reusser E, et al. Surface characterization of dental Y-TZP ceramic after air abrasion treatment[J]. *J Dent*, 2012, 40(9): 723-735.
- [7] 范存晖, 陈杰, 刘君, 等. 金属托槽与光固化复合树脂修复面粘接抗剪切强度的实验研究[J]. *山东医药*, 2005, 45(21): 51-52.
- [8] Pannes DD, Bailey DK, Thompson JY, et al. Orthodontic bonding to porcelain: a comparison of bonding systems[J]. *J Prosthet Dent*, 2003, 89(1): 66-69.
- [9] Wolf DM, Powers JM, O'keefe KL. Bond strength of composite to etched and sandblasted porcelain[J]. *Am J Dent*, 1993, 6(3): 155-158.
- [10] Sriamporn T, Thamrongananskul N, Busabok CA, et al. Dental zirconia can be etched by hydrofluoric acid[J]. *Dent Mater J*, 2014, 33(1): 79-85.
- [11] Tian T, Tsoi JK, Matinlinna JP, et al. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials[J]. *Dent Mater*, 2014, 30(7): e147-e162.
- [12] 姜海巍, 石旭旭, 白莉学, 等. 不同表面处理方法对陶瓷托槽与不同瓷修复体粘结强度影响的研究[J]. *口腔医学研究*, 2016, 32(5): 453-455.
- [13] 朱嘉, 廖岚. 混合陶瓷表面不同处理方法对树脂水门汀粘接强度影响研究[J]. *中国实用口腔科杂志*, 2017, 10(5): 287-290.
- [14] Falkensammer F, Freudenthaler J, Pseiner B, et al. Influence of surface conditioning on ceramic microstructure and bracket adhesion[J]. *Eur J Orthod*, 2012, 34(4): 498-504.
- [15] Zachrisson BU. Orthodontic bonding to artificial tooth surfaces: clinical versus laboratory findings[J]. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*, 2000, 117(5): 592-594.

(编辑 罗燕鸿, 何武林)