



[DOI]10.12016/j.issn.2096-1456.2024.07.003

· 基础研究 ·

# 不同功能成分底涂剂对氧化锆耐久粘接强度的影响

赵莉，赵克

中山大学附属口腔医院 广东省口腔医学重点实验室，广东 广州(510055)

**【摘要】目的** 比较含10-甲基丙烯酰氧癸基磷酸酯(10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate, 10-MDP)和硅烷的混合型底涂剂与MDP单一功能成分型底涂剂对氧化锆初期及耐久粘接强度的影响。**方法** 制作氧化锆标准试件84个,随机分成4组( $n=21$ ),分别使用含10-MDP的Z-Prime Plus(ZP)、含硅烷偶联剂的Monobond-S(MS)、含MDP和硅烷偶联剂的混合型底涂剂Clearfil Ceramic Primer(CCP)、及不使用底涂剂(空白)处理试件表面,再用不含MDP的Duo-Link(DUO)树脂水门汀与氧化锆粘接,形成ZP、MS、CCP及空白对照组共4组粘接试件。每组粘接试件再随机分为3个亚组( $n=7$ ),分别进行3个时间点的老化实验,包括37 °C恒温水浴24 h、30 d、30 d加3 000个5~55 °C冷热循环(30 d/TC)。用计算机控制万能材料实验机测定剪切粘接强度值,扫描电镜(scanning electron microscope, SEM)观察并分析断裂试样的粘接界面破坏模式,2-way ANOVA进行统计分析。**结果** ZP、MS、CCP三组在3个时间点获得的粘接强度值均显著高于空白对照( $P < 0.01$ );从24 h到30 d,三组粘接强度值均显著增高( $P < 0.05$ );从30 d到30 d/TC,三组粘接强度值均显著下降( $P < 0.01$ ),并降至基线(24 h)以下水平(30 d/TC vs. 24 h,  $P < 0.01$ )。混合型底涂剂CCP在所有时间点的粘接强度值均高于单一功能成分型底涂剂ZP、MS( $P < 0.01$ )。在单一功能成分底涂剂中,ZP在30 d时的粘接强度高于MS( $P = 0.029$ ),在30 d/TC时却低于MS( $P = 0.037$ )。从30 d到30 d/TC,ZP的粘接强度衰减百分率明显高于MS(82.43% vs. 64.90%)。**结论** 含MDP和硅烷的混合型底涂剂与氧化锆陶瓷的粘接强度优于单一功能成分型底涂剂。

**【关键词】** 氧化锆；陶瓷；粘接；底涂剂；Z-Prime plus；Clearfil Ceramic Primer；冷热循环老化



微信公众号

**【中图分类号】** R78 **【文献标志码】** A **【文章编号】** 2096-1456(2024)07-0502-07

**【引用著录格式】** 赵莉,赵克.不同功能成分底涂剂对氧化锆耐久粘接强度的影响[J].口腔疾病防治,2024,32(7): 502-508. doi:10.12016/j.issn.2096-1456.2024.07.003.

**Effect of various primers on the long-term bond strength to zirconia** ZHAO Li, ZHAO Ke. Hospital of Stomatology, Sun Yat-sen University & Guangdong Provincial Key Laboratory of Stomatology, Guangzhou 510055, China  
Corresponding author: ZHAO Ke, Email: dr.zhaoke@aliyun.com, Tel: 86-20-83802805

**[Abstract]** **Objective** To compare the effects of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (10-MDP)- and silane-based primers with those of MDP-based primers on zirconia-resin bonding via multiple levels of aging. **Methods** Zirconia blocks were divided into 4 groups ( $n = 21$ ) according to the primer used: MDP-based Z-Prime Plus (ZP), silane-based Monobond-S (MS), MDP- and silane-based Clearfil Ceramic Primer (CCP) and no primer (Blank). After pretreatment with or without the primers followed by bonding with cement Duo-Link, each group was subdivided into 3 subgroups ( $n = 7$ ) according to aging level: 24 hours of water storage at 37 °C (24 h), 30 days of water storage at 37 °C (30 d), and 30 d plus 3 000 thermal cycles (30 d/TC). After aging, shear bond strength (SBS) tests and failure mode analyses were conducted. **Results** ZP, MS and CCP groups had greater SBSs than did the BLANK group ( $P < 0.01$ ). From 24 h

**【收稿日期】** 2024-02-04; **【修回日期】** 2024-03-28

**【基金项目】** 国家自然科学基金面上项目(82071156)

**【作者简介】** 赵莉,主治医师,硕士,Email:15915747707@163.com

**【通信作者】** 赵克,教授、主任医师,博士,Email:dr.zhaoke@aliyun.com,Tel:86-20-83802805





to 30 d, the shear bond strength significantly increased ( $P < 0.05$ ); however, the shear bond strength decreased significantly from 30 d to 30 d/TC ( $P < 0.01$ ) and fell below baseline (30 d/TC vs. 24 h,  $P < 0.01$ ). Within the primer groups, CCP exhibited a higher SBS than ZP and MS at each aging level ( $P < 0.001$ ). The bonding strength of ZP was greater than that of MS at 30 d ( $P = 0.029$ ) but lower than that of MS at 30 d/TC ( $P = 0.037$ ). From 30 d to 30 d/TC, the percent decrease in the bonding strength of ZP was significantly greater than that of MS (82.43% vs. 64.90%). **Conclusion** MDP-based primers function better for zirconia-resin bonding when they contain silane coupling agents.

**[Key words]** zirconia; ceramics; bonding; primer; Z-Prime plus; Clearfil Ceramic Primer; cold and heat cycle aging

**J Prev Treat Stomatol Dis, 2024, 32(7): 502-508.**

**[Competing interests]** The authors declare no competing interests.

This study was supported by the grants from National Natural Science Foundation of China (No. 82071156).

氧化锆(zirconia, Zr)具有良好的力学性能、美学性能及生物相容性,已逐渐替代金属成为冠桥修复体的基底材料<sup>[1-3]</sup>,也是目前牙科全瓷材料中的研究热点<sup>[4]</sup>。然而,氧化锆属于生物惰性类材料,不含二氧化硅,不能像二硅酸锂玻璃陶瓷一样,经酸蚀及硅烷化等表面处理后获得化学结合从而达到理想的粘接力<sup>[3,5-7]</sup>。因此,氧化锆的粘接失败率高于二硅酸锂玻璃陶瓷。而且,氧化锆密度高达5.65 g/cm<sup>3</sup>(1 000 °C以下),是二硅酸锂玻璃陶瓷密度(2.50 g/cm<sup>3</sup>)的2倍以上,表面不易充分粗糙化,限制了粘接剂的微机械嵌合作用,难以获得足够的物理结合力,上述这些因素导致氧化锆修复体的粘接失败率较高。

含有10-甲基丙烯酰氧癸基磷酸酯(10-metacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate, 10-MDP)的底涂剂可有效提高氧化锆粘接强度,已广泛用于临床<sup>[4]</sup>,因为MDP可与氧化锆发生化学结合,形成P-O-Zr化学键<sup>[8]</sup>。硅烷偶联剂和氢氟酸已广泛用于硅基陶瓷类的粘接。目前含MDP和硅烷偶联剂成分的混合型处理剂成为一种研发趋势,可显著提高多种口腔修复材料(包括氧化锆、硅基陶瓷和其他修复材料)的粘接强度<sup>[9]</sup>。

然而,目前尚不清楚含有硅烷偶联剂的MDP底涂剂是否能在氧化锆粘接方面发挥良好作用。有研究提出,硅烷可能会干扰P-O-Zr键的形成,从而破坏MDP的化学活性<sup>[10]</sup>。对于何种底涂剂对氧化锆的粘接效果更好仍未达成一致结论<sup>[10-12]</sup>。本研究采用温度缓慢变化、周期时间较长(15 min)的冷热循环器来模拟老化实验,比较MDP和硅烷混合型底涂剂,与MDP单一功能成分型底涂剂,在多个老化时间点的氧化锆粘接强度,为临床涂底剂的选择提供实验依据。

## 1 材料和方法

### 1.1 主要仪器与材料

氧化锆(LAVA, 3M公司,美国);Z-Prime Plus(1200003549, Bisco公司,美国);Monobond-S(64175,义获嘉·伟瓦登特公司,列支敦士登);Clearfil Ceramic Primer(0024DA,可乐丽公司,日本);Duo-Link(1200009593,Bisco公司,美国);笔式喷砂机(Easy Sand,Silfradent公司,意大利);粘接模具(元港模具加工厂,中国);冷热循环仪(Unistat 510w, Huber公司,德国);计算机控制万能材料实验机(AG-X 100,岛津公司,日本);恒温箱(SHEL LAB公司,美国);体视显微镜(M205A,莱卡公司,德国);扫描电子显微镜(Quanta 200,FEI公司,美国)。

### 1.2 制备氧化锆标准试件

制作84块氧化锆陶瓷块标准试件(11 mm × 8 mm × 2 mm)并烧结,使用笔式喷砂机将110 μm的氧化铝颗粒对其表面喷砂,0.25 MPa压力下处理15 s,距离10 mm。95%(v/v)乙醇与蒸馏水中依次超声清洁5 min,吹干备用。

### 1.3 制备粘接试件

84块氧化锆陶瓷被随机分为4组( $n = 21$ ),分别使用不同的底涂剂进行表面处理,包括仅含MDP的单一功能成分型底涂剂Z-Prime Plus(ZP)、仅含硅烷的单一功能成分型底涂剂Monobond-S(MS)、含MDP和硅烷的混合型底涂剂Clearfil Ceramic Primer(CCP)及无底涂剂空白对照组(Blank)。随后使用Duo-Link(DUO)树脂水门汀将陶瓷块与Duo-Link水门汀树脂圆柱( $\varphi = 4$  mm,  $h = 2$  mm)在粘接模具中进行粘接。

### 1.4 老化测试

粘接后,4组粘接试件被细分为3个亚组( $n =$



7) 进行老化实验,包括:①37 °C恒温水浴24 h(24 h);②37 °C恒温水浴30 d(30 d);③37 °C恒温水浴30 d后接受3 000次冷热循环(30 d/TC)。冷热循环仪是可编程的,温度设置在5 °C和55 °C之间正弦变化,每个周期15 min,3 000个周期耗时约31 d。

### 1.5 剪切粘接强度(shear bond strength,SBS)测试

将老化实验后的粘接试样利用特制夹具固定在计算机控制万能材料实验机上,按照剪切测试标准ISO/TS 11405: 2003和GB/T 7124-2008/ISO 4587: 2003,将试样粘接界面调整至与加载头贴合,对水门汀树脂柱与陶瓷的粘接界面进行加载,加载速度为1 mm/min,直至粘接界面断裂,计算机自动记录此时的最大载荷值。使用压强公式,剪切粘接强度P(MPa)=剪切力F(N)/粘接面积S( $\text{mm}^2$ ),计算各试样在不同时间点的氧化锆树脂初期和耐久粘接强度<sup>[13]</sup>。

### 1.6 粘接界面破坏模式分析

剪切测试后,样品的断裂界面置于体视显微镜(stereomicroscope,SM)和扫描电子显微镜(scanning electron microscope,SEM)下进行分析,根据残留树脂面积在总粘接界面面积中的百分比,破坏模式被分为3类,界面破坏(adhesive failure)、内聚破坏(cohesive failure)及混合破坏(mixed failure)<sup>[14-15]</sup>。

### 1.7 统计学分析

采用SPSS v17.0软件进行统计分析。计量资料以均数±标准差进行描述,计数资料以频数(%)进行描述。以底涂剂类型、老化时间作为主效应进行两因素方差分析。使用单因素方差分析进行单独效应分析,组内多重比较使用LSD法。检验水准设定为 $\alpha=0.05$ (双尾)。

## 2 结果

### 2.1 不同底涂剂在不同老化时间点下的氧化锆剪切粘接强度比较

两因素方差分析显示,底涂剂、老化时间点两因素的交互效应有统计学意义( $P<0.001$ ,表1),故直接进行单独效应分析。单因素方差分析表明,SBS在3个老化时间点存在差异( $F=56.479$ , $P<0.001$ )(表2)。与24 h相比,各底涂剂组在30 d时的SBS显著增加( $P<0.001$ );但在30 d/TC时的SBS显著下降( $P<0.001$ )。三组底涂剂组的SBS显著高于空白对照( $P<0.01$ ),而且CCP在每个老化

时间点下的SBS均显著高于ZP和MS( $P<0.001$ ,表3);不考虑老化时间,ZP和MS的SBS没有显著差异( $P=0.417$ )。

### 2.2 不同底涂剂在不同老化时间点下的破坏模式分析

体视显微镜及SEM分析显示,所有组均表现出界面破坏或混合破坏,没有出现内聚破坏(图1)。同一老化时间点下的不同底涂剂处理组之间,界面破坏或混合破坏的比例存在差异;同一底涂剂处理组中不同老化时间点之间的破坏模式比例也存在差异(图2)。30 d和30 d/TC条件下,CCP组比其他组的混合破坏模式的比例更高;在有底涂剂处理的组中,30 d比其他老化时间点的混合破坏模式的比例更高。

表1 老化时间与底涂剂类型对氧化锆剪切粘接强度影响的二因素方差分析

Table 1 Two factor analysis of variance on the effect of aging time and primer type on the shear bonding strength of zirconia

Factor	Sum of squares	df	MS	F	P
Primer	1 243.787	3	414.596	464.985	<0.001
Aging time	494.254	2	247.127	277.162	<0.001
Primer × aging time	94.917	6	15.820	17.742	<0.001
Error	64.198	72	0.892		
Total	5 135.297	84			

表2 老化时间与底涂剂类型对氧化锆剪切粘接强度影响的单因素方差分析

Table 2 One-way analysis of variance on the effect of aging time and primer type on the shear bonding strength of zirconia

Factor	Sum of squares	df	MS	F*	P*
Primer					
Between groups	974.231	3	324.744	23.829	<0.001
Within groups	1 832.307	164	11.173		
Total	2 806.538	167			
Aging time					
Between groups	1 099.116	2	549.558	56.479	<0.001
Within groups	1 707.422	165	10.348		
Total	2 806.538	167			

\*indicates corrected values because of heterogeneity of variance

## 3 讨论

氧化锆的粘接失败率高于二硅酸锂玻璃陶瓷是普遍共识<sup>[16-19]</sup>。如何提高氧化锆的粘接强度仍是临床需要解决的关键问题。通过加入MDP或硅烷偶联剂等功能成分,有望改善氧化锆的粘接强度<sup>[20-22]</sup>。但是,对于混合型与单一型功能成分的底涂剂在提高氧化锆粘接强度上,孰优孰劣,尚无明



表3 不同底涂剂处理在不同老化时间点下的氧化锆  
剪切粘接强度

Table 3 Shear bond strength of zirconia with different  
primers and aging time  $\bar{x} \pm s$ , MPa

Primer	Aging time*			Total
	24 h	30 d	30 d/TC	
Blank	2.34 ± 0.40 <sup>Ab</sup>	2.45 ± 0.07 <sup>Ab</sup>	0.00 ± 0.00 <sup>#Aa</sup>	2.67 ± 2.35
ZP	5.63 ± 0.41 <sup>Bb</sup>	9.22 ± 1.28 <sup>Cc</sup>	1.62 ± 0.46 <sup>Ba</sup>	4.87 ± 2.82
CCP	11.82 ± 1.21 <sup>Cb</sup>	16.88 ± 1.13 <sup>Dc</sup>	8.05 ± 1.45 <sup>Da</sup>	9.35 ± 4.89
MS	6.08 ± 1.27 <sup>Bb</sup>	7.92 ± 1.19 <sup>Bc</sup>	2.78 ± 0.88 <sup>Ca</sup>	5.46 ± 2.70
Total	6.16 ± 2.57	8.40 ± 4.23	2.21 ± 2.55	5.59 ± 4.10

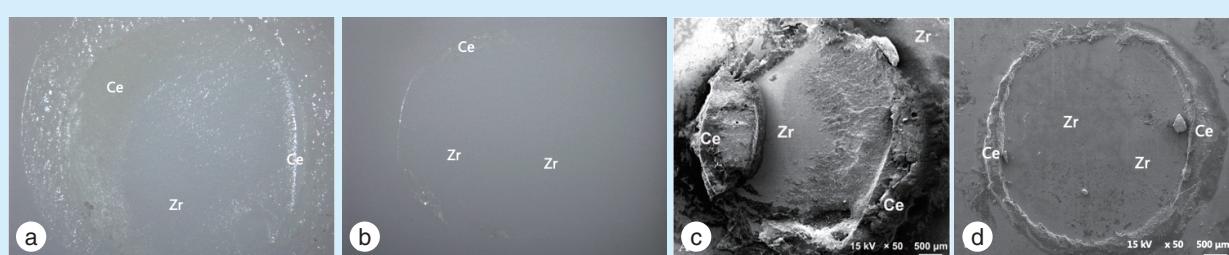
One-way analysis of variance showed that SBS differed within the 4 levels of primers ( $P < 0.001$ ). Within the 3 primer groups, CCP exhibited the highest SBS compared with those of ZP and MS at each level of aging ( $P < 0.001$ ). \*: same uppercase superscript letters within the same column show no statistically significant differences among the primers ( $P > 0.05$ ), same lowercase superscript letters within the same row show no statistically significant differences among aging treatments ( $P > 0.05$ ). #: specimens debonded spontaneously. 24 h: 24-hour storage in water at 37 °C; 30 d: 30-day storage in water at 37 °C; 30 d/TC: 30-day storage in water at 37 °C followed by 3 000 thermal cycles; blank: no primed; ZP: MDP-based Z-Prime Plus; MS: silane-based Monobond-S; CCP: MDP- and silane-based Clearfil Ceramic Primer; MDP: methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate

确结论<sup>[10-12]</sup>。本研究比较了MDP和硅烷混合型底涂剂、与单一功能成分MDP底涂剂、或单一功能成分硅烷底涂剂在不同老化时间点下对氧化锆-树脂粘接强度的影响。结果发现,含有MDP和硅烷的CCP混合型底涂剂,在每一个老化时间点都表现出比单一功能成分MDP的ZP底涂剂和单一功能成分硅烷的MS底涂剂更高的SBS,该结果与以往的

研究结果一致<sup>[12,23]</sup>。任何一种底涂剂的预处理都提高了氧化锆-树脂的初始粘接强度和耐久粘接强度,该结果与以往的研究一致<sup>[24]</sup>。以上结果提示,在氧化锆-树脂粘接中,应优先考虑使用含有MDP和硅烷的混合型底涂剂。

然而,Chuang等<sup>[10]</sup>发现了与本研究相反的结果,即MDP底涂剂比含MDP和硅烷的混合型底涂剂表现出更高的SBS,推断硅烷的酸性物质可能通过减少MDP的H<sup>+</sup>离解来削弱MDP的化学活性,但是,该研究使用的含MDP和硅烷混合型底涂剂是通过简单地混合两种商用底涂剂(一种是基于MDP的单一功能成分型底涂剂,另一种是基于硅烷的单一功能成分型底涂剂)制成的,只有一种混合比例,没有进行比例优化,这可能影响MDP和硅烷混合型底涂剂性能。

本研究中,含MDP和硅烷的混合型底涂剂(CC普组)比仅含MDP的单一功能成分型底涂剂Z-Prime Plus(ZP组)表现出更高的SBS,这可能是由于CC普底涂剂中硅烷偶联剂(3-MPS)的存在。已有文献报道,硅烷偶联剂可提高氧化锆粘接的功能,包括增加材料表面能和改善表面润湿性<sup>[25]</sup>;同时,本研究间接支持硅烷偶联剂与MDP二者在提高氧化锆的粘接强度方面存在协同作用,与已有研究一致<sup>[8]</sup>。CC普中的硅烷偶联剂可以在MDP的酸性环境激活下发生缩合反应,水解生成-Si-O-Si聚硅氧烷活性网状结构<sup>[3,10]</sup>。在冷热循环实验过程中,聚硅氧烷网格结构可对Zr-O-P化学键起到保护和隔绝老化的作用<sup>[3,11]</sup>,使水门汀能够紧密结合于氧化锆表面,从而维持较高的耐久粘接强度。

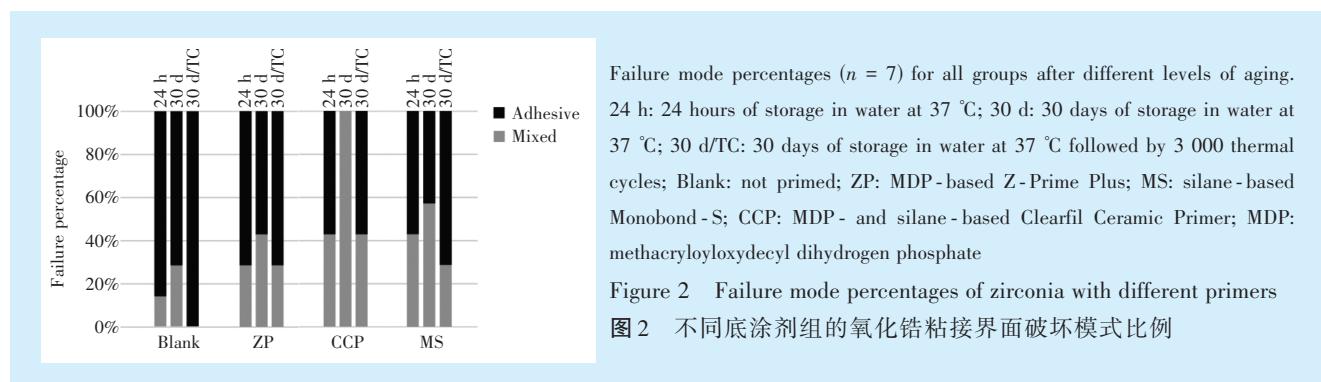


a-b: representative failure mode of the zirconia-resin adhesive sample after shear observed by stereomicroscopy (20×). There was more residual cement on the surface of the primed specimens than on their nonprimed counterparts. a: mixed failure mode (CCP group); b: adhesive mode (Blank group). c-d: representative mixed failure mode in the primer/cement groups observed by SEM (50×). There was more residual resin on the surface of primed specimens (CCP group) than on their nonprimed counterparts (Blank group); c: mixed failure mode (CCP group); d: almost entirely adhesive mode (Blank group). Zr: zirconia; Ce: cement; SEM: scanning electron microscopy; Blank: not primed; CCP: MDP- and silane-based Clearfil Ceramic Primer; MDP: methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate

Figure 1 Representative failure modes of zirconia with different primers

图1 不同底涂剂组的氧化锆粘接界面破坏模式示例





Failure mode percentages ( $n = 7$ ) for all groups after different levels of aging.  
24 h: 24 hours of storage in water at 37 °C; 30 d: 30 days of storage in water at 37 °C; 30 d/TC: 30 days of storage in water at 37 °C followed by 3 000 thermal cycles;  
Blank: not primed; ZP: MDP-based Z-Prime Plus; MS: silane-based Monobond-S; CCP: MDP- and silane-based Clearfil Ceramic Primer; MDP: methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate

Figure 2 Failure mode percentages of zirconia with different primers

图2 不同底涂剂组的氧化锆粘接界面破坏模式比例

另外,CCP在本研究中相较于ZP的优越性也可能归因于二者MDP浓度的不同<sup>[26]</sup>。MDP通过形成P-O-Zr化学键可以增强氧化锆的粘接力<sup>[8, 23]</sup>。充足的MDP浓度对有效的氧化锆粘接非常必要。已有研究表明, $\geq 10$  wt%的MDP比5 wt%的MDP对氧化锆-树脂粘接具有明显优越的SBS<sup>[26]</sup>。然而,本研究中使用的底涂剂ZP仅含有1 wt%~5 wt%的MDP,而CCP含有未知浓度的MDP。因此推测CCP相较于ZP的优越性可能是由于ZP中MDP的浓度不足,而这也可能是ZP在SBS上未见其优越性显著超过MS的一个重要原因。ZP相较于MS,SBS在24 h时无显著性差异,在30 d时较高,在30 d/TC时较低,推断可能原因为ZP与MS在经过30 d/TC严苛的老化实验后,SBS数值都极低(1.62~2.78 MPa),容易产生偶然误差。

以往研究中的冷热循环实验多采用较短的周期时间(15~60 s)、急剧变化的温度曲线<sup>[27-29]</sup>。本研究采用了足够长的周期时间(15 min)、缓慢曲线变化的温度进行冷热循环。氧化锆的热传导系数是所有金属氧化物中最低的,仅为2.09 W/(m·K)(1 000 °C),说明氧化锆在单位温差下和单位时间内直接传导的热量极低,即氧化锆很难快速与周围环境发生温度传导。老化实验中,温度的缓慢变化更适用于氧化锆这种热传导性较低的材料,确保其充分经历每一个冷热循环,从而更有效地测试树脂-氧化锆的粘接耐久性<sup>[13]</sup>。从30 d到30 d/TC,3组底涂剂的SBS均出现下降,下降率介于52%~82%,所有空白对照的样本在30 d/TC时自行脱粘接,SBS下降100%。相比之下,其他类似研究发现,氧化锆-树脂粘接的SBS在没有任何自发性脱粘接的情况下,粘接强度下降率介于9%~42%,或介于38%~97%<sup>[10-11]</sup>。这侧面提示,本研究中的冷热循环实验对氧化锆的老化程度充分且有效。

本研究老化实验使用了多个水平来评估底涂剂对氧化锆粘接强度的影响。相比之下,以往类似研究仅使用了一个或两个老化时间<sup>[10-12, 14, 24, 28-30]</sup>。已有研究显示,不同底涂剂在粘接强度上的差异,可能因老化时间的变化而产生不同的比较结果<sup>[31]</sup>,这可能是以往研究<sup>[10-12]</sup>中结果不一致的原因之一。对于研究不同粘接剂对氧化锆的粘接效果时,多个老化水平的测试更可靠,本研究比较了不同老化水平不同底涂剂的SBS,发现CCP在每个老化时间点下的SBS都高于其他任何底涂剂,充分证实MDP和硅烷混合型底涂剂提高氧化锆粘接强度的优越性。

在本研究中,与24 h相比,每个底涂剂组在30 d时的SBS达到了峰值,然后在30 d/TC时下降到低于24 h的水平,这与本课题组既往的研究结果一致<sup>[13]</sup>。另一项研究也发现,氧化锆的树脂粘接强度在一定的冷热循环(约100个周期)后达到峰值<sup>[31]</sup>,从24 h到30 d的SBS增强,可能是由于底涂剂和树脂在一个月的温水浸泡过程中进一步发生聚合。相反,从30 d到30 d/TC的氧化锆粘接强度下降,可能是由于冷热循环引起的氧化锆-树脂界面间的理化退变而引起,分析原因可能包括:环向应力的形成,这是由于树脂水门汀和氧化锆之间的热膨胀系数不同而引起的;粘接界面处底涂剂/树脂水门汀系统的水解<sup>[32]</sup>;由于冷热循环周期长,温度变化速度较慢,导致应力持续时间比以往研究更长<sup>[33]</sup>。

本研究发现MDP和硅烷的混合型底涂剂相较于单一功能成分的MDP底涂剂可以提高氧化锆的粘接强度。尽管如此,在未来的研究中,应评估仅含MDP和/或硅烷单纯成分的底涂剂,以分析MDP和硅烷的混合效应。更重要的是,迫切需要通过控制所有其他成分的特定浓度来探索一些非商用底涂剂,以便找出MDP与硅烷之间的密切相关性,



并找到它们的最佳混合比例。另外,本研究中仅设置了3个老化时间点,若要进一步明确冷热循环老化对氧化锆粘接强度的影响,应增加一个老化时间点,即与30 d/TC同等时长的单纯恒温水浴组。

综上所述,本研究结果显示含有硅烷偶联剂的MDP底涂剂在氧化锆-树脂粘接方面表现更佳。与仅含有MDP或硅烷的单一功能成分型底涂剂相比,推荐临床使用含MDP和硅烷的混合型涂剂以增强氧化锆的粘接强度。

**[Author contributions]** Zhao L performed the experiments and wrote the article. Zhao K designed the study and revised the article. All authors read and approved the final manuscript as submitted.

### 参考文献

- [1] Elraggal A, Silikas N, Aboushelib M. Influence of surface treatments and cyclic fatigue on subsurface defects and mechanical properties of zirconia frameworks[J]. Dent Mater, 2021, 37(5):905-913. doi: 10.1016/j.dental.2021.02.020.
- [2] 张颖,胡丹丹,黄皓宁,等.高半透性氧化锆基底的不同处理对锆-瓷结合强度的影响[J].口腔疾病防治,2021,29(7):456-461. doi: 10.12016/j.issn.2096-1456.2021.07.004.  
Zhang Y, Hu DD, Huang HN, et al. Effect of different treatments of highly translucent zirconia on the bonding strength between zirconia and veneering porcelain[J]. J Prev Treat Stomatol Dis, 2021, 29(7): 456-461. doi: 10.12016/j.issn.2096-1456.2021.07.004.
- [3] 王辰.两种氧化锆处理剂对氧化锆陶瓷粘接效果的影响[J].口腔疾病防治,2020,28(2): 79-83. doi: 10.12016/j.issn.2096-1456.2020.02.003.  
Wang C. Influence of two kinds of zirconia primers on the bonding effect of zirconia ceramics[J]. J Prev Treat Stomatol Dis, 2020, 28 (2): 79-83. doi: 10.12016/j.issn.2096-1456.2020.02.003.
- [4] Alammar A, Blatz MB. The resin bond to high-translucent zirconia: a systematic review[J]. J Esthet Restor Dent, 2022,34(1):117-135. doi: 10.1111/jerd.12876.
- [5] Chatterjee N, Ghosh A. Current scenario on adhesion to zirconia; surface pretreatments and resin cements: a systematic review[J]. J Indian Prosthodont Soc, 2022,22(1):13-20. doi: 10.4103/jips.jips\_478\_21.
- [6] Souza JCM, Raffaele-Esposito A, Carvalho O, et al. Surface modification of zirconia or lithium disilicate-reinforced glass ceramic by laser texturing to increase the adhesion of prosthetic surfaces to resin cements: an integrative review[J]. Clin Oral Investig, 2023,27 (7):3331-3345. doi: 10.1007/s00784-023-05016-z.
- [7] Rigos AE, Sarafidou K, Kontonasaki E. Zirconia bond strength durability following artificial aging: a systematic review and meta-analysis of in vitro studies[J]. Jpn Dent Sci Rev, 2023, 59(12):138-159. doi: 10.1016/j.jdsr.2023.04.002.
- [8] Chen L, Suh BI, Brown D, et al. Bonding of primed zirconia ceramics: evidence of chemical bonding and improved bond strengths[J]. Am J Dent, 2012;25(2):103-108. doi:10.1111/jerd. 12004.
- [9] Lopes RO, Somacal DC, Modena CFM, et al. Are universal adhesives effective for bonding to zirconia in the long term?[J] Contemp Clin Dent, 2023,14(4):307-312. doi: 10.4103/ccd.ccd\_327\_23.
- [10] Chuang SF, Kang LL, Liu YC, et al. Effects of silane- and MDP-based primers application orders on zirconia-resin adhesion-a ToF-SI study[J]. Dent Mater, 2017, 33 (8): 923- 933 doi: 10.1016/j.dental.2017.04.027
- [11] Wang C, Niu LN, Wang YJ, et al. Bonding of resin cement to zirconia with high pressure primer coating[J]. PLoS One, 2014, 9(7): e101174.doi: 10.1371/journal.pone.0101174.
- [12] Amaral M, Belli R, Cesar PF, et al. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia[J]. J Dent, 2014,42(1): 90-98.doi: 10.1016/j.jdent.2013.11.004.
- [13] Zhao L, Jian YT, Wang XD, et al. Bond strength of primer/cement systems to zirconia subjected to artificial aging[J]. J Prosthet Dent, 2016, 116(5):790-796. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.03.020.
- [14] Shen D, Wang H, Shi Y, et al. The effect of surface treatments on zirconia bond strength and durability[J]. J Funct Biomater, 2023, 14(2): 89. doi: 10.3390/jfb14020089.
- [15] Chen C, Li S, Ou ME, et al. The effect of nano-silica surface infiltration on bond strength of a phosphate-monomer-containing composite cement to zirconia[J]. J Adhes Dent, 2023,25(1): 79-86. doi: 10.3290/j.ad.b3974633.
- [16] Brignardello-Petersen R. There seems to be a low rate of survival of all-ceramic 3-unit inlay-retained fixed dental prosthesis after 8 years[J]. J Am Dent Assoc, 2020, 151(7): e60. doi: 10.1016/j.adaj.2020.01.033.
- [17] Bömicke W, Rathmann F, Pilz M, et al. Clinical performance of posterior inlay - retained and wing - retained monolithic zirconia resin-bonded fixed partial dentures: stage one results of a randomized controlled trial[J]. J Prosthodont, 2021,30(5): 384 - 393. doi: 10.1111/jopr.13258.
- [18] Gresnigt MMM, Tirlet G, Bošnjak M, et al. Fracture strength of lithium disilicate cantilever resin bonded fixed dental prosthesis [J]. J Mech Behav Biomed Mater, 2020, 103(12): 103615. doi: 10.1016/j.jmbbm.2019.103615.
- [19] Al-Zordk W, Saudi A, Abdelkader A, et al. Fracture resistance and failure mode of mandibular molar restored by occlusal veneer: effect of material type and dental bonding surface[J]. Materials (Basel), 2021,14(21):6476. doi: 10.3390/ma14216476.
- [20] Quigley NP, Loo DSS, Choy C, et al. Clinical efficacy of methods for bonding to zirconia: a systematic review[J]. J Prosthet Dent, 2021,125(2):231-240. doi: 10.1016/j.prosdent.2019.12. 017.
- [21] Al-Akhali M, Al-Dobaei E, Wille S, et al. Influence of elapsed time between airborne - particle abrasion and bonding to zirconia bond strength[J]. Dent Mater, 2021,37(3):516-522. doi: 10. 1016/j. dental.2020.12.010.
- [22] Comino-Garayoa R, Peláez J, Tobar C, et al. Adhesion to zirconia: a systematic review of surface pretreatments and resin cements[J]. Materials (Basel), 2021,14(11):2751. doi: 10.3390/ma14112751.
- [23] Xiong Y, Zhao P, Jin C, et al. Effect of airborne-particle abrasion protocols and MDP-based primer on the bond strength of highly



- translucent zirconia[J]. *J Adhes Dent*, 2021, 23(5): 437-446. doi: 10.3290/j.jad.b2000249.
- [24] 印准, 战德松, 付佳乐. 表面应用粘接剂、底涂剂对锆瓷与树脂水门汀粘接强度的影响[J]. 华西口腔医学杂志, 2020, 38(4): 376-379. doi: 10.7518/hxkq.2020.04.004.
- Yin Z, Zhan DS, Fu JL. Effects of adhesive and primer on the bonding strength of zirconia to resin cement[J]. *West Chin J Stomatol*, 2020, 38(4): 376-379. doi: 10.7518/hxkq.2020.04.004.
- [25] Malysa A, Wezgowiec J, Orzeszek S, et al. Effect of different surface treatment methods on bond strength of dental ceramics to dental hard tissues: a systematic review[J]. *Molecules*, 2021, 26(5): 1223. doi: 10.3390/molecules26051223.
- [26] Chen Y, Lu Z, Qian M, et al. Effect of 10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate concentration on chemical coupling of methacrylate resin to yttria-stabilized zirconia[J]. *J Adhes Dent*, 2017, 19 (4): 349-355. doi: 10.3290/j.jad.a38893.
- [27] Saade J, Skienhe H, Ounsi HF, et al. Evaluation of the effect of different surface treatments, aging and enzymatic degradation on zirconia-resin micro-shear bond strength[J]. *Clin Cosmet Investig Dent*, 2020, 12(1): 1-8. doi: 10.2147/CCIDE.S219705.
- [28] Sarikaya I, Hayran Y. Adhesive bond strength of monolithic zirconia ceramic finished with various surface treatments[J]. *BMC Oral Health*, 2023, 23(1): 858. doi: 10.1186/s12903-023-03630-7.
- [29] Liu X, Jiang X, Xu T, et al. Investigating the shear bond strength of five resin-based luting agents to zirconia ceramics[J]. *J Oral Sci*, 2020, 62(1): 84-88. doi: 10.2334/josnusd.18-0480.
- [30] atiana R, Bérangère C, Prudence Felix T, et al. Shear bond strength between standard or modified zirconia surfaces and two resin cements incorporating or not 10-MDP in their matrix[J]. *Dent Mater*, 2024, 40(2): 370-378. doi: 10.1016/j.dental.2023.12.015.
- [31] Seto KB, McLaren EA, Caputo AA, et al. Fatigue behavior of the resinous cement to zirconia bond[J]. *J Prosthodont*, 2013, 22(7): 523-528. doi: 10.1111/jopr.12053.
- [32] Abdulla MA, Hasan RH. Shear bond strength of two repair systems to zirconia ceramic by different surface treatments[J]. *J Lasers Med Sci*, 2022, 13(7): e31. doi: 10.34172/jlms.2022.31.
- [33] Alrabeah G, Alomar S, Almutairi A, et al. Analysis of the effect of thermocycling on bonding cements to zirconia[J]. *Saudi Dent J*, 2023, 35(6): 734-740. doi: 10.1016/j.sdentj.2023.07.009.

(编辑 周春华, 罗燕鸿)



Open Access

This article is licensed under a Creative Commons  
Attribution 4.0 International License.  
Copyright © 2024 by Editorial Department of Journal of  
Prevention and Treatment for Stomatological Diseases



官网