

[DOI] 10.12016/j.issn.2096-1456.2024.06.003

· 基础研究 ·

诺丽对冠部牙本质粘接强度及纳米渗漏的影响

周可莹¹, 李艳萍¹, 李海清², 何丽娜¹, 潘爽¹, 牛玉梅¹

1. 哈尔滨医科大学附属第一医院, 哈尔滨医科大学口腔医学院, 黑龙江 哈尔滨(150000); 2. 黑龙江省医院口腔医学中心, 黑龙江 哈尔滨(150036)

【摘要】 目的 探讨诺丽(Morinda citrifolia juice, MCJ)联合乙二胺四乙酸盐(ethylene diamine tetraacetic acid, EDTA)根管冲洗对冠部牙本质粘接强度及纳米渗漏的影响, 并与临床上最常用的根管冲洗液次氯酸钠(sodium hypochlorite, NaClO)相比较, 为临床应用提供参考。**方法** 本研究已通过单位伦理审查委员会批准。选取63颗因正畸拔除的人前磨牙, 去除表面釉质暴露牙本质平面后, 根据冲洗液不同随机分为对照组(蒸馏水组)和6个实验组, 即: A组 2.5% NaClO、B组 5.25% NaClO、C组 6% MCJ、D组 2.5% NaClO-17% EDTA、E组 5.25% NaClO-17% EDTA 和 F组 6% MCJ-17% EDTA ($n=9$), 分别用相应冲洗液浸泡 20 min 后, 在其表面分层堆积 4 mm × 4 mm × 3 mm 的 Z350 树脂块, 每组选取 6 个样本, 低速切割机将每个样本切割成 1 mm × 1 mm × 8 mm 的试件条, 进行微拉伸粘接强度测试, 随后在体视显微镜下观察断裂类型; 每组剩余的 3 个样本经老化后切割成 1 mm 厚的薄片, 进行界面纳米渗漏测试以及扫描电子显微镜下观察树脂-牙本质粘接界面。**结果** 各组微拉伸粘接强度测试值均有显著性差异($P<0.05$), 对照组粘接强度最高。实验组中, B组粘接强度最低, 以粘接界面破坏为主; F组粘接强度最高, 以混合破坏为主。各组纳米渗漏值均有显著性差异($P<0.05$), 对照组纳米渗漏值最低。实验组中, B组纳米渗漏值最高、树脂突较细, F组纳米渗漏值最低、树脂突粗大且密集。**结论** NaClO 浓度越高, 冠部牙本质的粘接强度及边缘封闭性越差; MCJ 联合 EDTA 根管冲洗对冠部牙本质的粘接强度和边缘封闭性的影响小于 NaClO 联合 EDTA 根管冲洗。

【关键词】 牙本质; 诺丽; 次氯酸钠; 复合树脂; 微拉伸粘接强度; 纳米渗漏; 粘接界面; 场发射扫描电子显微镜

【中图分类号】 R78 **【文献标志码】** A **【文章编号】** 2096-1456(2024)06-0420-08

【引用著录格式】 周可莹, 李艳萍, 李海清, 等. 诺丽对冠部牙本质粘接强度及纳米渗漏的影响[J]. 口腔疾病防治, 2024, 32(6): 420-427. doi:10.12016/j.issn.2096-1456.2024.06.003.

Effect of Morinda citrifolia juice on the bonding strength and nanoleakage of crowns dentin ZHOU Keying¹, LI Yanping¹, LI Haiqing², HE Lina¹, PAN Shuang¹, NIU Yumei¹. 1. The First Affiliated Hospital of Harbin Medical University, School of Stomatology, Harbin Medical University, Harbin 150000, China; 2. Stomatological Center of Heilongjiang Provincial Hospital, Harbin 150036, China

Corresponding authors: NIU Yumei, Email: yumeiniu@163.com, Tel: 86-451-85553234

【Abstract】 Objective To explore the effect of Morinda citrifolia juice (MCJ) combined with ethylene diamine tetraacetic acid (EDTA) on premolar bonding strength and nanoleakage and compare the results with those of the most commonly used root canal irrigation solution, sodium hypochlorite (NaClO), to provide a reference for clinical application. **Methods** This study was approved by the ethics review committee. Sixty-three human premolars extracted for orthodontic treatment were randomly divided into a control group (distilled water group) and 6 experimental groups according to the different rinsing solutions used after the surface enamel was removed. The experimental groups included Group A (2.5% NaClO), Group B (5.25% NaClO), Group C (6% MCJ), Group D (2.5% NaClO-17% EDTA), Group E (5.25% NaClO-17% EDTA), and Group F (6% MCJ-17% EDTA) ($n=9$). After soaking in the corresponding rinsing solution for 20 minutes, they were layered and stacked on their surfaces to form 4 mm × 4 mm × 3 mm Z350 resin blocks.

【收稿日期】 2023-12-19; **【修回日期】** 2024-03-25

【作者简介】 周可莹, 医师, 硕士研究生, Email: 15304549397@163.com

【通信作者】 牛玉梅, 教授, 博士, Email: yumeiniu@163.com, Tel: 86-451-85553234



微信公众号

Six samples from each group were cut into 1 mm × 1 mm × 8 mm specimen strips for microtensile bonding strength testing. The fracture type was determined under a stereomicroscope, and the remaining 3 samples from each group were aged and cut into 1 mm thick slices for interface nanoleakage testing and scanning electron microscopy observation of the resin dentin bonding interface. **Results** There were significant differences in the microtensile bonding strength among the groups ($P < 0.05$), and the control group had the highest bonding strength. Among experimental groups, Group B had the lowest bonding strength, mainly bonding interface fracture, and Group F had the highest bonding strength, mainly mixed fracture. There were significant differences in nanoleakage among all groups ($P < 0.05$), and the control group had the lowest nanoleakage value. Among experimental groups, Group B had the highest nanoleakage, with resin protrusions being unaltered, and Group F had the lowest nanoleakage value, with resin protrusions being thick and dense. **Conclusion** The higher the concentration of NaClO was, the worse the bonding strength and edge sealing of the crown dentin were. The effects of root canal irrigation with MCJ and EDTA on the adhesive strength and edge sealing of crown dentin were less pronounced than those of root canal irrigation with NaClO and EDTA.

【Key words】 dentin; Morinda citrifolia juice; sodium hypochlorite; composite resin; microtensile bond strength; nanoleakage; adhesive interface; scanning electron microscope

J Prev Treat Stomatol Dis, 2024, 32(6): 420-427.

【Competing interests】 The authors declare no competing interests.

有效的根管清理、成形以及充分的根尖封闭对牙髓治疗的成功至关重要,而根管治疗后的冠部修复则是防止细菌渗透的基础,不仅能重建牙齿的美观和功能,还能够避免剩余牙齿结构的折裂。越来越多研究证实,完善的冠部修复是保障根管治疗疗效的关键因素^[1]。牙本质的粘接可能受到许多因素的影响,根管预备过程中使用的化学冲洗剂可能会改变牙本质的表面成分,并影响其与冠部封闭材料之间的相互作用^[2]。目前临床上使用最广泛的根管冲洗液是NaClO,它可以溶解坏死的牙髓组织、去除根管内的微生物,并且能在根管预备过程中润滑根管壁^[3];乙二胺四乙酸盐(ethylene diamine tetraacetic acid, EDTA)通常作为辅助冲洗液与NaClO联合使用,可以有效去除玷污层^[4]。然而NaClO会影响牙本质表面的钙/磷(Ca/P)比,进而改变牙本质的渗透性和溶解性^[5],并且其对冠部牙本质粘接强度的影响在不同的研究中因浓度、处理时间和方法不同,结论并不一致^[6]。

由于传统根管冲洗液存在一定的局限性,具有抗菌作用的中草药产品诺丽(Morinda citrifolia juice, MCJ)被广泛关注,课题组前期研究表明:MCJ的抗菌性与NaClO没有显著性差异,且MCJ发挥显著抑菌作用的最低浓度为6%^[7];MCJ比NaClO对人牙周成纤维细胞和人根尖乳头干细胞的牙源性分化以及对细胞增殖和迁移的影响更小^[8];MCJ与EDTA联合冲洗有助于去除玷污层^[9]。本研究在课题组前期研究的基础上,研究MCJ联合EDTA

根管冲洗对冠部牙本质粘接强度及纳米渗漏的影响。

1 材料和方法

1.1 主要材料与设备

复合树脂 Z350 (3M ESPE, 美国); Single Bond Universal 第八代通用型粘接剂 (3M ESPE, 美国); 2.5%NaClO、5.25%NaClO、17%EDTA (朗力, 中国); 诺丽粉 (海南百舒堂生物科技开发有限公司, 中国); 电子万能试验机 (2620-601, Instron, 美国); 低速金刚石切割机 (SYJ-160, 沈阳科晶有限公司, 中国); 体视显微镜 (M50, Leica, 德国); 扫描电子显微镜 (SU5000, 日立, 日本)

1.2 样本选择与收集

本研究获哈尔滨医科大学医学伦理专家委员会批准 (批号: IRB-AF/SC-04/02.0)。收集因正畸需要而新鲜拔除的 63 颗无龋前磨牙, 所有患者均同意参加研究并签署知情同意书。清除牙齿表面软组织, 4℃下浸泡在 0.9% 生理盐水保存, 1 个月内使用。

1.3 离体牙的制备和分组

将 63 颗离体前磨牙牙根包埋在边长 1.5 cm 的立方体硅胶体中的超硬石膏中, 用低速切割机切除 2 mm 的表面釉质, 完全暴露出牙本质平面, 在流动水下依次用 400、600、800、1 000 目的砂纸打磨牙本质面以形成标准玷污层。

根据冲洗液不同实验分为对照组 (蒸馏水组) 和 6 个实验组, 实验组包括: A 组 2.5% NaClO、B 组

5.25% NaClO、C组 6% MCJ、D组 2.5% NaClO-17% EDTA、E组 5.25% NaClO-17% EDTA 和 F组 6% MCJ-17% EDTA,每组9个牙本质试件,分别用相应冲洗液浸泡 20 min,其中冲洗液每 5 min 更换 1 次以模拟根管治疗时冲洗到冠部牙本质的情况,D、E、F组分别在每次更换液体后,浸泡在 17% EDTA 溶液中 15 s,再用蒸馏水冲洗 2 min。每个样本按说明书要求涂布第八代 3M 自酸蚀粘接剂,并分层堆砌长 3 mm、宽 4 mm、高 4 mm 的 Z350 树脂块。

1.4 微拉伸粘接强度测试

每组随机选取 6 个样本,用低速切割机在流动水冷却下切割成粘接面积约为 1 mm² 的树脂-牙本质试件条,每个试件约 1 mm × 1 mm × 8 mm,排除有裂纹、破损的试件后,每组获得 6 个条状试件。将试件条通过氰基丙烯酸粘接剂固定在夹具上,用电子万能试验机连接到计算机,设置十字头加载的速度为 0.5 mm/min,样本断裂后,将样本从夹具中取出,同时记录断裂时的最大载荷值(N),并计算以 MPa 表示的极限微拉伸粘接强度。计算公式为:微拉伸粘接强度(MPa)=最大载荷(N)/试件截面积(mm²)。

1.5 断裂模式分析

体视显微镜在放大 10 倍下观察断裂后的条状试件,以确定断裂模式。其中包括:①牙本质内聚破坏;②树脂内聚破坏;③粘接界面破坏;④混合破坏(包括前三种类型中的任意组合)。

1.6 纳米渗漏测试

1.3 实验中每组剩余的 3 个样本用于纳米渗漏检测。将各组样本在 10%NaClO 水溶液中 1 h 模拟老化^[10]。在流水下,用低速切割机将样本沿牙体颊舌向,切割成厚度约 1 mm 的薄片,每组随机选取 5 个薄片,在距离粘接界面上下 1 mm 以内的区域均匀涂布无色透明指甲油,待干燥后重复两次。将样本在避光完全黑暗的状态下浸没在 50% 氨化硝酸银溶液(pH=9.5)中 24 h。24 h 结束后,取出样本在流水下冲洗 5 min,并在荧光灯下置于显影液中 8 h,以将银离子还原成金属银颗粒,随后定影液中固定 8 h,再次冲洗 5 min。对样本轻轻抛光去除表面银残留,干燥后场发射扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)背散射模式下观察粘接界面,以对银离子进行定量分析。每个薄片状样本随机选取 3 个视野。将获得的图像于粘接界面处裁剪成相同的面积(包括混合层及粘接剂部分区域,分辨率为 1 200 像素 × 200 像素),

使用数字图像分析软件 Image J 分析金属银颗粒在粘接界面的分布。使用能量色散 X 射线光谱仪(energy dispersive X-ray spectroscopy, EDX)面扫分析粘接界面各元素分布情况,包括 Si 元素(树脂)、Ag 元素(纳米渗漏)、Ca 元素(牙本质)。

1.7 粘接界面观察

从 1.6 实验余留样本中每组随机选取 3 个薄片样本,依次用 800、1 000、1 500 目砂纸在流动水下打磨抛光,37% 磷酸酸蚀粘接面 30 s,5% NaClO 中浸泡 2 min,梯度乙醇依次脱水,干燥,喷金 60 s,扫描电子显微镜下观察粘接界面。

1.8 统计学分析

所有数据均使用 SPSS 26.0 软件进行统计处理,连续性资料符合正态分布和方差齐性,在多组进行单因素方差分析和 LSD 两两比较,以 $P < 0.05$ 具有统计学意义。

2 结果

2.1 微拉伸粘接强度测试结果

微拉伸粘接强度测试结果如表 1 所示,对照组粘接强度最高。实验组中 B 组粘接强度最低($P < 0.05$),F 组粘接强度最高($P < 0.05$)。使用 EDTA 的 D、E、F 组的粘接强度显著高于相应单一冲洗液的 A、B、C 组($P < 0.05$)。

表 1 各组微拉伸粘接强度测试结果比较

Table 1 Comparison of the test results of the microtensile bond strength in each group

Group	Microtensile bond strength/MPa
Control group	29.608 ± 1.886 ^{abcdef}
Group A	14.611 ± 2.790 ^{bcdef}
Group B	11.454 ± 2.391 ^{acdef}
Group C	17.599 ± 2.419 ^{abdef}
Group D	23.613 ± 2.407 ^{abcef}
Group E	20.699 ± 2.378 ^{abedf}
Group F	26.635 ± 2.247 ^{abede}
<i>P</i>	< 0.001
<i>F</i>	46.081

a, b, c, d, e, f represent statistically significant differences between groups respectively.

Control group: DW (distilled water). Group A: 2.5%NaClO. Group B: 5.25%NaClO. Group C: 6% MCJ. Group D: 2.5%NaClO-17%EDTA. Group E: 5.25%NaClO-17%EDTA. Group F: 6%MCJ-17%EDTA. MCJ: Morinda citrifolia juice

2.2 断裂模式分析

各组断裂模式类型及断裂频数见表 2,各组多

表2 各组断裂类型及断裂频数
Table 2 Break type and fracture frequency
of each group *n* (%)

Group	Dentin fracture	Resin fracture	Adhesive fracture	Mixed fracture
Control group	0	0	1 (16.7)	5 (83.3)
Group A	0	1 (16.7)	2 (33.3)	3 (50.0)
Group B	1 (16.7)	0	3 (50.0)	2 (33.3)
Group C	0	0	2 (33.3)	4 (66.7)
Group D	0	0	1 (16.7)	5 (83.3)
Group E	0	0	2 (33.3)	4 (66.7)
Group F	0	0	1 (16.7)	5 (83.3)

Control group: DW (distilled water). Group A: 2.5%NaClO. Group B: 5.25%NaClO. Group C: 6% MCJ. Group D: 2.5%NaClO - 17%EDTA. Group E: 5.25%NaClO-17%EDTA. Group F: 6%MCJ-17%EDTA. MCJ: Morinda citrifolia juice

以混合型破坏为主,相同作用时间下,NaClO 浓度越高,粘接界面破坏频率越大。图1为体视显微镜下典型断裂模式。

2.3 纳米渗漏测试结果

选定区域代表性纳米渗漏SEM及EDX图像如图

2所示,其中Si元素主要分布在树脂内,Ca元素主要分布在牙本质内,Ag元素主要分布在粘接面内。

树脂-牙本质界面以及混合层和牙本质小管内银颗粒渗透的平均百分比见表3。所测试的树脂-牙本质粘接界面均呈现不同程度的纳米渗漏,且各组间纳米渗漏值均有显著性差异($P < 0.05$)。实验组中B组银渗透率最高($P < 0.05$),F组银渗透率最低($P < 0.05$)。

图3为各组典型的纳米渗漏图像。在不用EDTA处理的A、B、C组沿粘接界面观察到银沉积的连续粗线,使用EDTA处理后的D、E、F组观察到中等程度的银离子沉积,除对照组外F组银离子沉积最少;随着NaClO浓度的升高,B组比A组、E组比D组呈现出更多的银离子沉积。

2.4 粘接界面形态观察

如图4可见扫描电子显微镜下各组的粘接界面形态,即粘接界面形成的混合层以及牙本质小管中均有长度粗细不同的树脂突。不用EDTA处理的A、B、C组树脂突短小,数量少,使用EDTA处理后的D、E、F组树脂突数量和长度均增加,除对

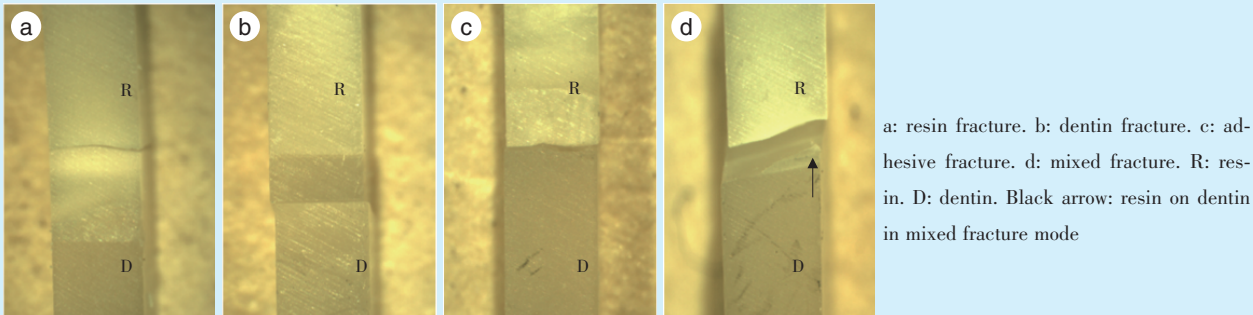
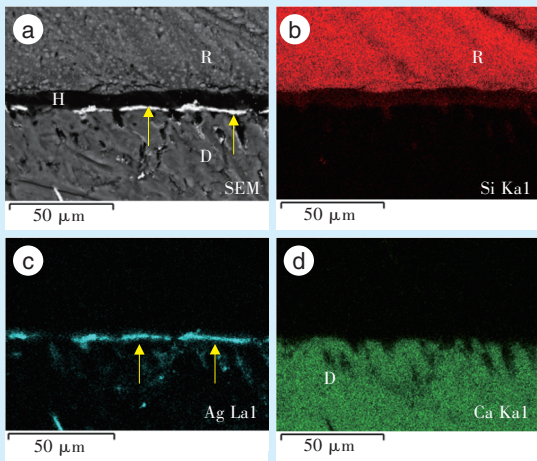


Figure 1 Visual microscopy image of the fracture pattern in each group (×10)
图1 不同断裂模式的体视显微镜图(×10)



a: typical SEM imaging. b: Si element distribution represents the resin part. c: Ag element distribution represents the silver ion nanoleakage part. d: Ca element distribution represents the dentine part. R: resin. D: dentin. H: mixed layer. Yellow arrow: silver ion penetration area. SEM: scanning electron microscope. EDX: energy dispersive X-ray spectroscopy

Figure 2 Typical SEM image (×1 000) and EDX spectral analysis image of the resin-dentin adhesive interface in the nanoleakage experiments

图2 纳米渗漏实验中树脂-牙本质粘接界面的典型扫描电镜图像(×1 000)和能量色散X射线光谱仪能谱分析图像

表3 各组纳米渗漏银渗透率结果比较

Table 3 Comparison of the results of nanoleakage silver permeability in each group

Group	Silver permeability
Control group	1.011% ± 0.410% ^{abcdef}
Group A	9.153% ± 0.868% ^{bedef}
Group B	11.440% ± 0.745% ^{acdef}
Group C	7.742% ± 0.705% ^{abdef}
Group D	3.380% ± 0.384% ^{abcef}
Group E	4.918% ± 0.581% ^{abcef}
Group F	1.926% ± 0.413% ^{abcde}
<i>P</i>	< 0.001
<i>F</i>	607.671

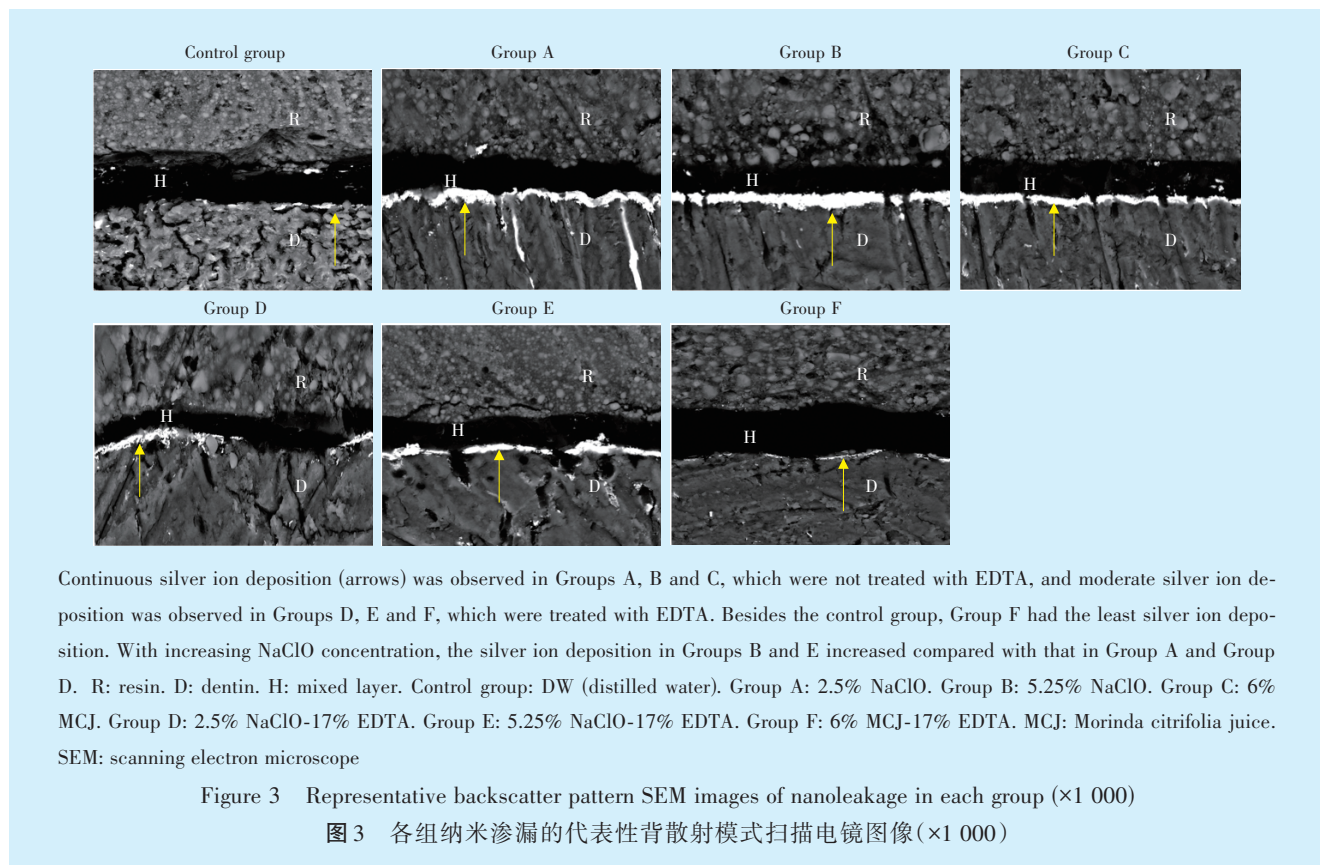
a, b, c, d, e, f represent statistically significant differences between groups respectively. Control group: DW (distilled water). Group A: 2.5%NaClO. Group B: 5.25%NaClO. Group C: 6% MCJ. Group D: 2.5%NaClO-17%EDTA. Group E: 5.25%NaClO-17%EDTA. Group F: 6%MCJ-17%EDTA. MCJ: Morinda citrifolia juice

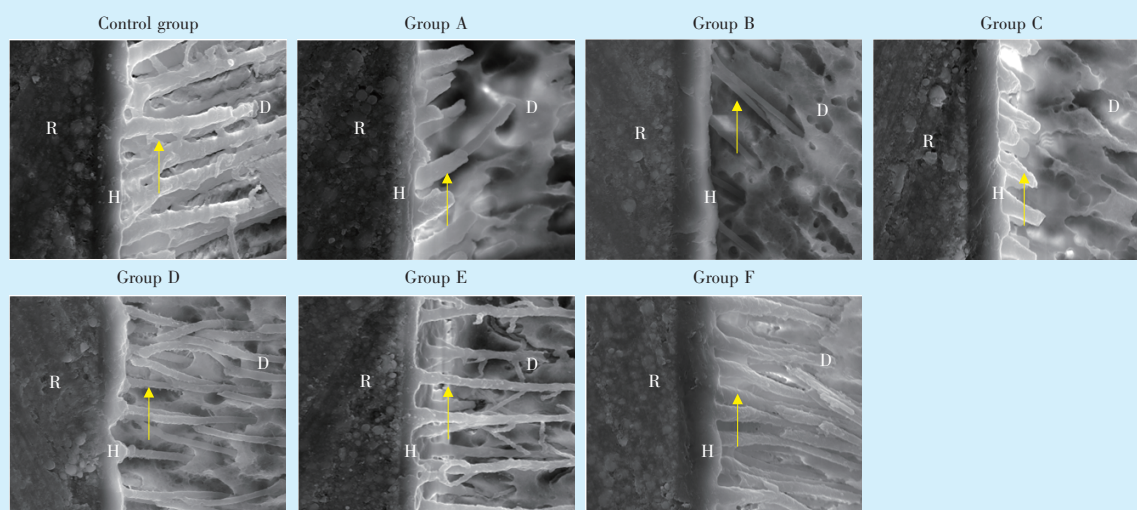
照组外, F组树脂突数量最多, 长度最长。低浓度NaClO作为单一冲洗液(A组)时, 混合层的树脂突短小, 随着NaClO浓度的增加, B组比A组、E组比D组树脂突形成逐渐变多、变粗且长度增加, 但深部却较细且彼此无明显交联。

3 讨论

使用修复材料立即封闭根管治疗后的牙齿可以有效防止冠部渗漏, 因此冠部永久修复体的质量是决定牙齿预后的关键因素^[11]。其中复合树脂是最常用的牙体粘接修复材料^[12], 树脂-牙本质粘接界面的粘接力, 主要来自于二者之间形成的微机械扣锁作用^[13], 树脂单体能够渗入到牙本质酸蚀后形成的松散的胶原纤维网中, 从而形成致密的混合层^[14]。而目前有很多研究表明, 临床上最常见的根管冲洗液NaClO不仅会改变牙本质机械强度, 还可能会影响树脂牙本质粘接界面^[6]。

由于NaClO潜在的副作用^[15], 具有高抗菌活性、生物相容性、抗炎和抗氧化特性等优势的中草药产品受到广泛关注^[16], 研究人员就其替代传统根管冲洗剂和药物的可行性进行了多项研究^[17]。海巴戟, 俗称诺丽, 是民间药材和保健饮品, 具有广泛的治疗作用, 包括抗菌、抗炎、镇痛、降血压和增强免疫特性^[18]。研究表明: 6%MCJ是一种具有高抗菌功效的植物治疗试剂, 可用作根管冲洗^[19]; 建议使用6%MCJ作为初始冲洗液, 然后使用17%EDTA, 以产生与6%NaClO和17%EDTA联合冲洗相似的玷污层去除率^[20]。但是对于其与EDTA联合应用对冠部牙本质与树脂粘接强度及纳米渗





A small number of short resin protrusions (arrows) were observed in Groups A, B and C, which were not treated with EDTA, and resin protrusions (arrows) in Groups D, E and F treated with EDTA increased in number and length. Besides the control group, the number and length of resin protrusions in group F were the largest. When a low concentration of NaClO was used as a single rinse solution (Group A), the resin protrusions (arrow) of the mixed layer were short. With increasing NaClO concentration, the resin protrusions in Groups B and E became increasingly thicker than those in Groups A and D, and their lengths increased; however, the protrusions in the deep position were thinner, and no significant cross-linking occurred. R: resin. D: dentin. H: mixed layer. Control group: DW (distilled water). Group A: 2.5%NaClO. Group B: 5.25%NaClO. Group C: 6% MCJ. Group D: 2.5%NaClO-17%EDTA. Group E: 5.25%NaClO-17%EDTA. Group F: 6%MCJ-17%EDTA. MCJ: Morinda citrifolia juice. SEM: scanning electron microscope

Figure 4 Representative SEM images of the resin-dentin adhesive interface in each group (×2 000)

图4 各组树脂-牙本质粘接界面的代表性扫描电镜图像(×2 000)

漏的影响尚未有研究。

在本研究中,实验组各组均有显著性差异,微拉伸粘接强度测试结果表明NaClO会降低牙本质与树脂粘接强度,且浓度越高,微拉伸强度越低,这可能是因为:第一,NaClO会造成牙本质的有机基质(主要是胶原蛋白)的损伤,并且NaClO处理后的牙本质中可能存在一些反应性自由基,导致树脂聚合反应过早发生链终止或者不完全固化^[21];第二,NaClO可分解成氯化钠和氧气,化学反应产生的氧气对粘接材料的界面聚合会产生抑制作用;并且还可能在树脂-牙本质界面中产生空隙,从而干扰树脂渗透到牙本质小管以及管间牙本质^[22];第三,NaClO处理会增加牙本质表面的pH值,即使最终用水冲洗后也是如此,牙本质表面的碱性会缓冲自酸蚀粘接剂的酸性,从而降低粘接强度^[23];第四,用NaClO冲洗后会导致牙本质降低其显微硬度、弹性模量等,从而使粘接强度下降^[24]。当EDTA作为辅助冲洗液时,去除了玷污层,各组强度均有所恢复,并且形成明显长度更长、数目更多的树脂突,这可能是因为EDTA作为温和的螯合剂^[25],可以去除玷污层内的无机成分

并选择性地保留羟基磷灰石和非胶原蛋白,从而保留更多胶原纤维内的矿物质,减少对牙本质胶原纤维的损伤,使粘接剂中的功能单体更多与牙本质结合,改善了树脂材料的渗透性,有利于提高粘接的长期稳定性^[26]。MCJ含有具有抗菌活性的生物活性化合物,此外还含有一些有机酸,如己酸、熊果酸、辛酸等,因此可能会去除些许玷污层,而这些酸也会改变牙本质的微观结构,这可能是导致MCJ会降低牙本质与树脂粘接强度的原因^[27];与EDTA联合应用后,粘接强度比其他实验组高($P < 0.05$),牙本质表面的粘接微形态也与对照组类似,这意味着MCJ与EDTA联合冲洗对牙本质有机和无机成分的影响有限,小于NaClO联合EDTA根管冲洗对牙本质粘接产生的负面影响,故MCJ与EDTA联合冲洗的粘接强度大于NaClO与EDTA联合冲洗。

在微拉伸试件的断裂模式中,5.25%NaClO以粘接界面断裂为主,进一步说明了粘接界面经5.25% NaClO溶液处理后出现了应力薄弱区,而在使用EDTA后,各组多以混合破坏占主导,粘接界面断裂的数目减少,说明了使用EDTA后可能在一

定程度上恢复 NaClO 和 MCJ 处理后对树脂-牙本质粘接界面产生的不良影响。实验组中,6% MCJ-17% EDTA 和 2.5% NaClO-17% EDTA 组试件断裂类型以混合破坏为主,说明在界面处产生更均匀的应力分布,增加了粘接界面的稳定性。

纳米渗漏发生在纳米尺度空间的混合层内,它会导致口腔液体和细菌通过界面渗漏,从而损害牙本质和复合树脂之间键的稳定性^[28]。纳米渗漏被认为是评估修复材料混合层质量和粘接耐久性的最常用的指标^[29]。从纳米渗漏结果可以看到 5.25% NaClO 的银渗透率最高,EDTA 加入后银渗透率下降,且 MCJ 联合 EDTA 组的银渗透率最低,这与微拉伸粘接强度测试结果一致,说明单独使用 NaClO 会改变牙本质的表面结构,并且 NaClO 分解产生的氧气不仅会阻碍树脂聚合,还有可能在粘接界面形成裂纹,产生纳米级别的渗漏通道。应用 EDTA 后,不仅去除了玷污层,还增加了树脂的渗透性,减少了银渗透率。6% MCJ-17% EDTA 组纳米渗漏率最低,进一步说明了 MCJ 和 EDTA 的联合冲洗对牙本质结构的影响较小,可以降低单独使用 MCJ 冲洗产生的不良影响。

综上所述,与 NaClO 相比,MCJ 联合 EDTA 根管冲洗对树脂牙本质粘接界面影响较小,并且减少了冠部渗漏的风险;结合国内外研究进展及课题组前期实验,MCJ 有望成为根管冲洗液用于临床治疗。而本实验仍有一些不足,实验中样本制备使用低速切割机去除冠部牙釉质,暴露牙本质平面后进行粘接树脂块,是进行微拉伸粘接强度测试和纳米渗漏测试的常规实验方法,但这与临床上实际操作存在差异,虽然死髓牙中这种差异较小,在未来的研究中,将进行洞形的制备以期更贴近临床,且针对 MCJ 临床应用的安全性进一步研究。

【Author contributions】 Zhou KY designed the study, performed the experiments and analyzed the data. Li YP, Li HQ performed the experiments and analyzed the data. He LN, Pan S, Niu YM revised the article. All authors read approved the final manuscript as submitted.

参考文献

- [1] Sadaf D. Survival rates of endodontically treated teeth after placement of definitive coronal restoration: 8-year retrospective study [J]. *Ther Clin Risk Manag*, 2020, 16: 125-131. doi: 10.2147/TCRM.S223233.
- [2] Katunarić A, Grgac SF, Gabrić D, et al. Effect of sodium hypochlorite and ethylenediaminetetraacetic acid activated by laser and ultrasonic energy on surface morphology and chemical composition of intracanal dentin[J]. *Microsc Res Tech*, 2024, 87(4): 818-831. doi: 10.1002/jemt.24474.
- [3] Cai C, Chen X, Li Y, et al. Advances in the role of sodium hypochlorite irrigant in chemical preparation of root canal treatment[J]. *Biomed Res Int*, 2023, 2023: 8858283. doi: 10.1155/2023/8858283.
- [4] Alshanta OA, Shaban S, Nile CJ, et al. Candida albicans biofilm heterogeneity and tolerance of clinical isolates: implications for secondary endodontic infections[J]. *Antibiotics*, 2019, 8(4): 204. doi: 10.3390/antibiotics8040204.
- [5] Nima G, Cavalli V, Bacelar-Sá R, et al. Effects of sodium hypochlorite as dentin deproteinizing agent and aging media on bond strength of two conventional adhesives[J]. *Microsc Res Tech*, 2020, 83(2): 186-195. doi: 10.1002/jemt.23401.
- [6] Marques JA, Falacho RI, Santos JM, et al. Effects of endodontic irrigation solutions on structural, chemical, and mechanical properties of coronal dentin: a scoping review[J]. *J Esthet Restor Dent*, 2024, 36(4): 606-619. doi: 10.1111/jerd.13135.
- [7] Rafi Shaik M, Sharaf MAF, Li X, et al. In vitro antimicrobial activity and comparison of the herbal extracts and sodium hypochlorite against primary plaque colonizers[J]. *FEMS Microbiol Lett*, 2021, 368(4): fnab017. doi: 10.1093/femsle/fnab017.
- [8] 张蕾. 蜂胶、诺丽及印度楝对人根尖周细胞增殖及成牙本质向分化的体外研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨医科大学, 2020. Zhang L. In vitro study of human apical pericyte proliferation and odontogenesis by propolis, noni and neem[D]. Harbin: Harbin Medical University, 2020.
- [9] 赵婷. 不同终末冲洗液对玷污层及根管封闭剂渗透效果的影响[D]. 哈尔滨: 哈尔滨医科大学, 2022. Zhao T. Effect of different final irrigating solution on smear layer and sealer penetration[D]. Harbin: Harbin Medical University, 2022.
- [10] Teixeira GS, Pereira GKR, Susin AH. Aging methods-an evaluation of their influence on bond strength[J]. *Eur J Dent*, 2021, 15(3): 448-453. doi: 10.1055/s-0040-1721906.
- [11] Huang YH, Wang YL, Lin PY, et al. Dentists' performance in dentin-composite resin bonding before and after hands-on course learning[J]. *J Formos Med Assoc*, 2020, 119(1 Pt 2): 260-267. doi: 10.1016/j.jfma.2019.05.008.
- [12] Wang J, Jiang W, Liang J, et al. Influence of silver nanoparticles on the resin-dentin bond strength and antibacterial activity of a self-etch adhesive system[J]. *J Prosthet Dent*, 2022, 128(6): 1363.e1-1361363.e10. doi: 10.1016/j.prosdent.2022.09.015.
- [13] Schärer BM, Peutzfeldt A. Impact of adhesive application errors on dentin bond strength of resin composite[J]. *Biomater Investig Dent*, 2022, 9(1): 101-109. doi: 10.1080/26415275.2022.2138405.
- [14] Zhao S, Zhang Y, Chen Y, et al. Evaluation of chitosan-oleuropein nanoparticles on the durability of dentin bonding[J]. *Drug Des Devel Ther*, 2023, 17: 167-180. doi: 10.2147/DDDT.S390039.
- [15] Haralur S, Alqahtani M, Alqahtani R, et al. Effect of dentin-disinfection chemicals on shear bond strength and microhardness of resin-infiltrated human dentin in different adhesive protocols[J]. *Medicina*, 2022, 58(9): 1244. doi: 10.3390/medicina58091244.

- [LinkOut]
- [16] Agnihotri A, Jhamb S, Shrama U, et al. *Azadirachta indica* A. juss, *Morinda citrifolia* L. and Triphala as herbal endodontic irrigants: a scoping review[J]. AYU Int Q J Res Ayurveda, 2020, 41(3): 148. doi: 10.4103/ayu.ayu_102_20.[LinkOut]
- [17] Mokhtari H, Eskandarinezhad M, Barhaghi MS, et al. Comparative antibacterial effects of ginger and marjoram extract versus conventional irrigants on mature *Enterococcus faecalis* biofilms: an *in vitro* study[J]. J Clin Exp Dent, 2023, 15(4): e304-e310. doi: 10.4317/jced.60081.
- [18] Gondi D, Gonapa P, Rathod T, et al. Comparative evaluation of microhardness of radicular dentin by using different herbal extracts (*Azadirachta indica*, *Morinda citrifolia*, green tea) as root canal irrigant: an *in vitro* study[J]. Conserv Dent Endod J, 2021, 6(1): 1-5. doi: 10.5005/jp-journals-10048-0067.[LinkOut]
- [19] Nirmala S, L R S, Reddy N, et al. Antimicrobial efficacy of *Morinda citrifolia*, nisin, and 2% chlorhexidine against *Enterococcus faecalis*: an *In-vitro* study[J]. Cureus, 2022, 14(3): e23206. doi: 10.7759/cureus.23206.
- [20] Ali Saghiri M, García - Godoy F, Asgar K, et al. The effect of *Morinda Citrifolia* juice as an endodontic irrigant on smear layer and microhardness of root canal dentin[J]. Oral Sci Int, 2013, 10(2): 53-57. doi: 10.1016/s1348-8643(12)00073-0.[LinkOut]
- [21] Shioya Y, Tichy A, Yonekura K, et al. Sodium p-toluenesulfinate enhances the bonding durability of universal adhesives on deproteinized eroded dentin[J]. Polymers, 2021, 13(22): 3901. doi: 10.3390/polym13223901.
- [22] Shafiei F, Dehghani Z, Tavangar MS. Effect of natural antioxidants on bond strength recovery of resin-modified glass ionomers to the NaOCl-affected pulp chamber dentin[J]. Clin Exp Dent Res, 2023, 9(1): 258-262. doi: 10.1002/cre2.697.
- [23] Kunawarote S, Nakajima M, Shida K, et al. Effect of dentin pretreatment with mild acidic HOCl solution on microtensile bond strength and surface pH[J]. J Dent, 2010, 38(3): 261 - 268. doi: 10.1016/j.jdent.2009.11.006.[LinkOut]
- [24] Philip PM, Sindhu J, Poornima M, et al. Effects of conventional and herbal irrigants on microhardness and flexural strength of root canal dentin: an *in vitro* study[J]. J Conserv Dent, 2021, 24(1): 83-87. doi: 10.4103/JCD.JCD_426_20.
- [25] Antunes PVS, Flamini LES, Chaves JFM, et al. Comparative effects of final canal irrigation with chitosan and EDTA[J]. J Appl Oral Sci, 2019, 28: e20190005. doi: 10.1590/1678-7757-2019-0005.
- [26] Zhou Y, Zhao Y, Han J. EDTA-chitosan is a feasible conditioning agent for dentin bonding[J]. Clin Oral Investig, 2022, 26(4): 3449-3458. doi: 10.1007/s00784-021-04270-3.
- [27] Saha SG, Sharma V, Bharadwaj A, et al. Effectiveness of various endodontic irrigants on the micro-hardness of the root canal dentin: an *in vitro* study[J]. J Clin Diagn Res, 2017, 11(4): ZC01 - ZC04. doi: 10.7860/JCDR/2017/24018.9472.
- [28] Meng Y, Huang F, Wang S, et al. Bonding performance of universal adhesives applied to nano-hydroxyapatite desensitized dentin using etch-and-rinse or self-etch mode[J]. Materials, 2021, 14(16): 4746. doi: 10.3390/ma14164746.
- [29] González-Angulo E, Fernández-Estevan L, Casas-Terrón J, et al. Microtensile bond strength of CAD-CAM restorative dental material blocks to resin cement: an *in vitro* study[J]. Materials, 2023, 16(13): 4796. doi: 10.3390/ma16134796.

(编辑 张琳,曾雄群)



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