

[文章编号] 1000-1182(2011)02-0132-04

纤维桩和粘接系统对粘接界面形态及破坏方式影响的研究

张晓¹ 李津乐² 郝亮²

(1.郑州大学口腔医院 口腔修复科, 郑州 450052; 2.口腔疾病研究国家重点实验室, 四川大学, 成都 610041)

[摘要] 目的 比较不同粘接系统粘接2种纤维桩后在桩道不同深度的粘接界面形态和界面破坏方式。方法 选取36颗新鲜上颌前磨牙, 将其分成A、B、C、D组, A组: 自粘接树脂黏固剂和POPO玻璃纤维桩; B组: 全酸蚀粘接系统和POPO玻璃纤维桩; C组: 自粘接树脂黏固剂和Para Post玻璃纤维桩; D组: 全酸蚀粘接系统和Para Post玻璃纤维桩。根管充填、桩道预备后粘接纤维桩于根管中。制备厚约1 mm薄片推出实验试样, 万能力学测试机进行加载, 体视显微镜观察粘接界面气泡率、裂缝率和破坏方式。结果 对于粘接界面树脂层气泡率, B组(64.2%)、D组(66.7%)显著高于A组(5.8%)、C组(13.7%)($P<0.001$)。D组粘接界面裂缝率(41.2%)显著高于A组(13.5%)和C组(11.8%)($P<0.0083$)。除A组与B组间外($P=0.69$), 其余各组试件破坏方式间差异有统计学意义($P<0.0083$)。结论 粘接界面树脂层气泡率与使用的树脂粘接系统有关; 纤维桩-树脂-牙本质粘接界面形态特征与破坏方式间存在差异, 2个界面的性能共同决定纤维桩桩道内的粘接固位能力; 纤维桩和粘接系统间存在显著的相互作用。

[关键词] 纤维桩; 自粘接树脂黏固剂; 界面形态学

[中图分类号] R 783.1 **[文献标志码]** A **[doi]** 10.3969/j.issn.1000-1182.2011.02.006

Morphological and failure mode study of different fiber posts luted with different adhesive systems to root dentin ZHANG Xiao¹, LI Jin-le², HAO Liang². (1. Dept. of Prosthodontics, School of Stomatology, Zhengzhou University, Zhengzhou 450052, China; 2. State Key Laboratory of Oral Diseases, Sichuan University, Chengdu 610041, China)

[Abstract] **Objective** To investigate the correlation of morphological characteristics and failure modes of two types of glass-fiber posts luted with self-adhesive resin cement and etch-and-rinse adhesive system. **Methods** Thirty-six intact single-rooted premolars were collected and removed the crown. After root canal therapy, teeth were randomly divided into 4 groups. Group A: Self-adhesive with POPO fiber post. Group B: Etch-and-rinse with POPO fiber posts. Group C: Self-adhesive with Para Post. Group D: Etch-and-rinse with Para Post. Each root was sectioned into six 1 mm-thick serial slices and a push-out test was performed. The dentin-cement-post adhesive interface of each specimen and failure modes after fracture were evaluated by stereomicroscope observation. **Results** Interface morphology observe indicated that voids present in group B(64.2%) and D(66.7%) were significantly higher than group A(5.8%) and C(13.7%)($P<0.001$). Interface gaps appeared at the resin-dentine interface in group D(41.2%) were significantly higher than group A(13.5%) and C(11.8%)($P<0.0083$), and the failure modes in each group were significantly different ($P<0.0083$) except for group A and B($P=0.69$). **Conclusion** Voids present in cement layer were associated with the luting agent involved. Morphological characteristics of the fiber post-resin luting agent-root dentin adhesive interface were discrepant with failure modes in different root region. There were interaction between adhesive systems and fiber posts.

[Key words] fiber post; self-adhesive resin cement; interface morphology

近年来, 使用纤维桩修复根管治疗后的冠缺损患牙已经被临床医生普遍接受, 并取得了良好的效果^[1]。有许多实验对不同类型粘接剂^[2]、纤维桩^[3]进

行了评价。但对纤维桩和粘接剂相互作用的研究并不多见, 对新型自粘接树脂黏固剂的粘接效果研究相对较少。本研究借助体视显微镜和薄片推出实验来评估不同粘接系统与POPO玻璃纤维桩和Para Post玻璃纤维桩粘接后在不同桩道深度的界面形态学特征及破坏方式, 旨在为临床粘接系统和纤维桩的选择提供依据。

[收稿日期] 2010-09-30; [修回日期] 2011-02-04

[作者简介] 张晓(1967—), 女, 河南人, 副主任医师, 硕士

[通讯作者] 李津乐, Tel: 15828129957

1 材料和方法

1.1 实验设备和材料

自粘接树脂黏固剂(Embrace WetBond, Pulpdent公司, 美国), 全酸蚀粘接系统(DenTASTIC UNO光固化粘接剂加ResiLute双固化树脂黏固剂加Etch-Rite 38%磷酸凝胶, Pulpdent公司, 美国), POPO玻璃纤维桩(直径为1.24 mm)及专用预成钻(北京实德隆科技发展有限公司), Para Post玻璃纤维桩(直径为1.26 mm)及专用预成钻(Coltene/Whaledent公司, 瑞士), 硅烷偶联剂(Kuraray公司, 日本), 根管糊剂AH-Plus Sealer(Dentsply公司, 德国), 万能力学测试机(Instron公司, 美国)。

1.2 离体牙的收集和纳入

选用正畸拔除的新鲜上颌前磨牙36颗, 采用0.9%生理盐水室温保存。纳入条件为: 1)非氟斑牙, 无龋坏, 肉眼观察无隐裂; 2)牙根无畸形, X线片显示单根管; 3)根长不小于13 mm。在水冷却条件下用金刚砂车针将离体牙在唇侧釉牙骨质界(cemento-enamel junction, CEJ)冠方2 mm处截断, 拔髓, 随机分成4组(表1)。数显卡尺测量牙的牙根长度、颊舌向长度、近远中向长度, 单因素方差分析确认各组离体牙在3个方面的差异无统计学意义, 有可比性(表2)。

表 1 实验分组和处理方法

Tab 1 Experiments classification and treatment methods

组别	纤维桩	粘接系统	牙数/颗
A	POPO玻璃纤维桩	自粘接树脂黏固剂	9
B	POPO玻璃纤维桩	全酸蚀粘接系统	9
C	Para Post玻璃纤维桩	自粘接树脂黏固剂	9
D	Para Post玻璃纤维桩	全酸蚀粘接系统	9

表 2 4组样本3个方向长度测量值

Tab 2 Measurements of the four groups in three directions
n=9, mm, $\bar{x}\pm s$

组别	牙根测量相关数值		
	牙根长度	颊舌向长度	近远中向长度
A	15.01±1.65	7.54±0.42	5.24±0.25
B	14.72±1.16	7.97±0.66	5.22±0.34
C	15.66±1.04	7.82±0.48	5.14±0.37
D	15.55±1.50	7.53±0.32	5.19±0.41

1.3 试件的制备、包埋和切割

离体牙常规根管充填, 暂封, 生理盐水室温保存7 d, 分别用配套预成钻预备桩道, 深度为11 mm(至少保留4 mm根尖封闭), 生理盐水冲洗, 纸尖吸干。纤维桩表面硅烷处理、吹干备用。按照厂商操作说明粘接各组纤维桩, 2种树脂黏固剂均为自混

“注射型”, 将注射针头插到桩道底部, 边后退边注射, 使粘接剂充满桩道, 插入纤维桩, 光固化40 s, 生理盐水常温下储存24 h。利用5 mL一次性离心管中段作为圆柱体模具, 使纤维桩长轴与圆柱体长轴平行, 用自凝塑料将试件竖直包埋其中。持续水流冷却下用慢速切割机垂直于试件长轴, 从截面处开始切厚约1 mm的薄片。4组试件每一个牙根切取6片, 按桩道深度标记为颈1/3、中1/3、根尖1/3, 同时标记试样薄片靠近根尖方向的截面, 2片为一组。

1.4 体视显微镜观察粘接界面

所有试样在体视显微镜下放大观察(20~30倍), 剔除牙体有裂纹、纤维桩不完整者; 记录粘接层出现气泡、裂缝者, 分别计算占该组试样数的百分率。

1.5 薄片推出实验后体视显微镜观察推出后界面

试样薄片置于万能力学试验机的载物台上, 薄片靠近根尖方向的截面正对加载头, 加载头(0.7 mm)只与纤维桩接触, 使桩道内纤维桩/粘接层从牙根薄片面积较大侧脱位, 加载速度为0.5 mm·min⁻¹。体视显微镜下观察(20~30倍)推出后的试样, 记录粘接界面破坏方式^[4]: 1) 为粘接材料与根管壁间粘接破坏; 2) 为粘接材料与纤维桩间粘接破坏; 3) 为混合型粘接破坏(纤维桩脱出, 表面部分覆盖粘接材料); 4) 为牙本质和纤维桩的内聚力共同破坏。

1.6 统计学分析

用SPSS 13.0软件对数据进行分析, 用Chi-Square检验分析试件粘接界面气泡率、裂缝率和破坏方式结果, χ^2 分割进行组间比较, 检验水准 $\alpha=0.05$ 。

2 结果

2.1 薄片推出实验前体视显微镜观察试件粘接界面
分别排除在试样预备过程中各组出现在桩道根尖1/3的粘接失败和D组在桩道颈1/3的牙本质裂纹。树脂层气泡率和粘接界面裂缝率的统计结果见表3。B组、D组树脂层气泡率分别为64.2%和66.7%, 显著高于A组(5.8%)、C组(13.7%)($P<0.001$), B组和D组间、A组和C组间差异无统计学意义($P>0.05$, $\alpha'=0.0083$)。D组粘接界面裂缝率(41.2%)显著高于A组(13.5%)、C组(11.8%)($P<0.0083$), 其余各组间差异无统计学意义($P>0.05$, $\alpha'=0.0083$)。

2.2 试件界面的破坏方式

Chi-Square检验结果显示: 试件界面的破坏方式除A组和B组间无统计学意义外($P=0.69$), 其余各组间差异都有统计学意义($P<0.0083$, $\alpha'=0.0083$)。A、B、C组粘接破坏主要发生在粘接材料和根管牙本质间, C组没有观察到粘接材料与纤维桩间的粘接破坏, 而此种破坏方式在D组最多见。

表 3 树脂层气泡率、界面裂缝率及界面破坏方式
Tab 3 Analyses of voids in cement layer, interface gaps and failure modes distribution *n*/*%*

组别	桩道深度	试样总数	推出前界面形态		推出后界面破坏方式			
			树脂层气泡	界面裂缝				
A	颈1/3	18	1/5.6	4/22.2	8/44.4	4/22.2	6/33.3	—
	中1/3	18	1/5.6	2/11.1	10/55.6	2/11.1	6/33.3	—
	尖1/3	16	1/6.3	1/6.3	9/56.3	3/18.8	4/25.0	—
B	颈1/3	18	13/72.2	7/38.9	6/33.3	7/38.9	5/27.8	—
	中1/3	18	15/83.3	7/38.9	10/55.6	2/11.1	6/33.3	—
	尖1/3	17	6/35.3	—	12/70.6	3/17.6	2/11.8	—
C	颈1/3	18	1/5.6	5/27.8	11/61.1	—	2/11.1	5/27.8
	中1/3	18	3/16.7	1/5.6	15/83.3	—	2/11.1	1/5.6
	尖1/3	15	3/20.0	—	10/66.7	—	5/33.3	—
D	颈1/3	16	14/87.5	4/25.0	4/25.0	7/43.8	2/12.5	3/18.8
	中1/3	18	12/66.7	9/50.0	5/27.8	9/50.0	4/22.2	—
	尖1/3	17	8/47.1	8/47.1	7/41.2	9/52.9	1/5.9	—

3 讨论

3.1 粘接界面形态和破坏方式分析

本实验中使用全酸蚀粘接系统的B组(64.2%)、D组(66.7%)树脂层气泡率显著高于使用自粘接树脂黏固剂的A组(5.8%)、C组(13.7%)，由于各组粘接剂都采用自混“注射头”输送入桩道深部，可排除操作方法对树脂层气泡率的影响^[4-6]，因此2种粘接系统树脂层气泡率的差异主要是由于树脂黏固剂成分和黏稠性不同^[7]，粘接剂注射入桩道内时没有均匀充满桩道，并在纤维桩就位过程中将空气混入树脂粘接层。同时黏稠的树脂黏固剂更容易因桩道适合性欠佳混入气泡，B、D组在树脂层较厚的桩道颈、中部树脂层气泡率高于适合性较好的根尖区域。

观察各组破坏前的粘接界面可知，A、B、C组界面裂缝主要出现在桩道颈、中部树脂层较厚区域，这与厚的粘接材料聚合过程中产生的收缩应力较大有关^[8]。同时各组树脂黏固剂都是双固化系统，桩道颈部光照充足使粘接剂发生快速聚合反应，快速固化产生的收缩应力较高，会导致在树脂-牙本质界面出现界面裂缝^[9]。通常认为树脂成分也会影响聚合后收缩应力的大小，树脂黏固剂中填料含量高，会增加聚合收缩应力，并表现出更多的界面裂缝^[10]。D组的界面裂缝出现率显著高于A、C组，同时在D组桩道根尖1/3区域纤维桩适合性好、树脂层较薄处，也能观察到有47.1%的试样存在界面裂缝，这可能与D组树脂黏固剂的成分有关。值得注意的是，使用相同粘接系统的B组在桩道颈、中部界面裂缝率较高，而根尖区域试样却没有出现裂缝。同时，B

组树脂层气泡率显著高于A、C组，但界面裂缝率却没有显著性差异，由此可见粘接界面气泡率与裂缝率间无一致性倾向。

根尖区域B组和D组的界面形态显著不同。该区域B组虽然没有观察到树脂-牙本质界面裂缝，但是该界面破坏方式却在推出实验后最为常见(70.6%)。D组在根尖区域存在47.1%的界面裂缝率，但是树脂-纤维桩粘接破坏却达到52.9%。这种粘接界面形态特征和界面破坏方式的差异说明，桩道内纤维桩和牙本质的粘接是纤维桩-树脂-牙本质构成的复杂界面，这2个界面的性能共同决定纤维桩桩道内的粘接固位能力。

3.2 纤维桩和粘接系统对粘接界面的影响

通常认为以环氧树脂为基质的成品纤维桩含有高度交联的聚合物分子结构，会影响到粘接剂单体成分的渗入，不利于粘接，因而和树脂之间的固位来源于微机械锁合作用^[11]。有学者^[12]通过测量纤维桩表面的接触角了解不同纤维桩的润湿性，发现良好的润湿性可以提高树脂与纤维桩的接触面积，形成范德华力促进树脂-纤维桩间的物理结合。本实验中C组试样破坏方式无一例发生在粘接材料与纤维桩间，这可能是因为Para Post玻璃纤维桩具有良好的润湿性，使流动性较好的自粘接树脂黏固剂与之建立起坚固的微机械锁合。

推出实验前观察粘接界面发现，D组试样裂缝率显著高于C组，且裂缝都出现在树脂-牙本质界面，但是试样破坏方式分析得知，D组树脂-纤维桩的粘接破坏最为常见。这种粘接界面形态和破坏方式的不一致性是由于粘度系数较高的黏固剂与Para

Post玻璃纤维桩没有形成有效的机械锁合,破坏这种较弱的锁合力甚至比破坏出现裂缝的树脂-牙本质界面所需的力值更小。由此可见纤维桩和粘接系统间存在显著的相互作用,Para Post玻璃纤维桩和自粘接树脂黏固剂间建立了有效地粘接。

本实验将纤维桩桩道内的粘接界面形态和破坏方式进行对比,不足点在于形态学分析结论建立在对不同桩道深度试件的横断面观察上,只能反映真实粘接界面的一部分,Watzke等^[6]提出光学显微技术能观察分析完整的粘接界面,用于分析界面形态具有独特的优势。

[参考文献]

- [1] Bitter K, Noetzel J, Stamm O, et al. Randomized clinical trial comparing the effects of post placement on failure rate of post-tendodontic restorations: Preliminary results of a mean period of 32 months[J]. J Endod, 2009, 35(11):1477-1482.
- [2] Grégoire G, Guignes P, Nasr K. Effects of dentine moisture on the permeability of total-etch and one-step self-etch adhesives [J]. J Dent, 2009, 37(9):691-699.
- [3] Kreimeier K, Fasen L, Klaiber B, et al. Influence of endodontic post type(glass fiber, quartz fiber or gold) and luting material on push-out bond strength to dentin *in vitro*[J]. Dent Mater, 2008, 24(5):660-666.
- [4] D'Arcangelo C, D'Amario M, Vadini M, et al. An evaluation of luting agent application technique effect on fibre post retention [J]. J Dent, 2008, 36(4):235-240.

(上接第131页)

丙烯酸氧丙基三甲氧基硅烷的有机功能基团与树脂粘接剂单体成分形成的共交叉混合层时,硅烷偶联剂与不同类型陶瓷表面间形成的-Si-O-Si-、-P-O-Si-、-CO-O-Si-等化学键数量决定陶瓷树脂粘接的耐久能力,本研究中偶联剂C处理的陶瓷A和B间的这种差异最明显。除硅烷偶联剂种类外,玻璃陶瓷类型也是影响陶瓷树脂粘接强度及耐久性主要因素。

[参考文献]

- [1] Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P, et al. Porcelain veneers: A review of the literature[J]. J Dent, 2000, 28(3):163-177.
- [2] Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: A review of the literature[J]. J Prosthet Dent, 2003, 89(3):268-274.
- [3] Meng XF, Yoshida K, Gu N. Chemical adhesion rather than mechanical retention enhances resin bond durability of a dental glass-ceramic with leucite crystallites[J]. Biomed Mater, 2010, 5(4):044101.
- [4] 孟翔峰,刘清,骆小平.自粘接型树脂粘接剂对玻璃陶瓷粘接耐久性的研究[J].中华口腔医学杂志,2010,45(1):44-48.
MENG Xiang-feng, LIU Qing, LUO Xiao-ping. Bond durability of self-adhesive resin cement to glass ceramic[J]. Chin J Stoma-

- [5] Aksornmuang J, Nakajima M, Foxton RM, et al. Mechanical properties and bond strength of dual-cure resin composites to root canal dentin[J]. Dent Mater, 2007, 23(2):226-234.
- [6] Watzke R, Frankenberger R, Naumann M. Probability of interface imperfections within SEM cross-sections of adhesively luted GFP[J]. Dent Mater, 2009, 25(10):1256-1263.
- [7] Vichi A, Grandini S, Davidson CL, et al. An SEM evaluation of several adhesive systems used for bonding fiber posts under clinical conditions[J]. Dent Mater, 2002, 18(7):495-502.
- [8] Schmage P, Pfeiffer P, Pinto E, et al. Influence of oversized dowel space preparation on the bond strengths of FRC posts[J]. Oper Dent, 2009, 34(1):93-101.
- [9] Monticelli F, Osorio R, Albaladejo A, et al. Effects of adhesive systems and luting agents on bonding of fiber posts to root canal dentin[J]. J Biomed Mater Res B Appl Biomater, 2006, 77(1):195-200.
- [10] Ferrari M, Carvalho CA, Goracci C, et al. Influence of luting material filler content on post cementation[J]. J Dent Res, 2009, 88(10):951-956.
- [11] Vano M, Goracci C, Monticelli F, et al. The adhesion between fibre posts and composite resin cores: The evaluation of micro-tensile bond strength following various surface chemical treatments to posts[J]. Int Endod J, 2006, 39(1):31-39.
- [12] Worm F, Lurtz C, Behrend D, et al. The influence of macro- and microstructure on the surface wettability and retention properties of endodontic posts *in vitro*[J]. Biomed Tech(Berl), 2009, 54(4):211-217.

(本文编辑 胡兴戎)

tol, 2010, 45(1):44-48.

- [5] Yoshida K, Meng X, Kamada K, et al. Influence of surface characteristics of four silica-based machinable ceramics on flexural strength and bond strength of a dual-curing resin luting agent [J]. J Adhes Dent, 2007, 9(4):407-413.
- [6] Matinlinna JP, Lassila LV, Ozcan M, et al. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry[J]. Int J Prosthodont, 2004, 17(2):155-164.
- [7] Meng X, Yoshida K, Taira Y, et al. Effect of siloxane quantity, pH, and wettability of silane coupling agents on bond durability of resin cements to machinable ceramic[J]. J Adhes Dent, 2011, 14(1):71-78.
- [8] Matsumura H, Kato H, Atsuta M. Shear bond strength to feldspathic porcelain of two luting cements in combination with three surface treatments[J]. J Prosthet Dent, 1997, 78(5):511-517.
- [9] Chadwick RG, Mason AG, Sharp W. Attempted evaluation of three porcelain repair systems—what are we really testing[J]. J Oral Rehabil, 1998, 25(8):610-615.
- [10] Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics[J]. Dent Mater, 2002, 18(5):380-388.

(本文编辑 胡兴戎)