

网络出版时间: 2018-2-11 11:56 网络出版地址: http://kns.cnki.net/kcms/detail/34.1065.R.20180210.0835.005.html

两种通用粘接剂及 Z-Prime Plus 对氧化锆粘接效果的影响

谢静¹, 邓青完¹, 卫晓霞², 姬洋¹, 张杉¹, 张晓¹

摘要 研究通用粘接剂及氧化锆处理剂 Z-Prime Plus (ZPP) 对氧化锆粘接强度的影响。96 个氧化锆瓷块随机分成 3 组, 每组分两个亚组, 分别进行喷砂及喷砂 + ZPP 处理后与相应的粘接剂粘接。各亚组随机抽取 8 个试件于 37 °C 水中水浴 24 h, 剩余试件于沸水中水浴 72 h 后测试剪切强度。两种通用粘接剂粘接强度高于 Panavia F; 三种粘接材料喷砂 + ZPP 处理下粘接强度耐久且高于喷砂处理; 通用粘接剂与 ZPP 联合使用可有效提高氧化锆粘接效果。

关键词 氧化锆; 树脂粘接剂; 处理剂

中图分类号 R 783.1

文献标志码 A 文章编号 1000-1492(2018)02-0309-03

doi: 10.19405/j.cnki.issn1000-1492.2018.02.032

氧化锆强度高, 美观性好, 生物相容性佳, 逐渐受到医师和患者的青睐^[1]。但氧化锆表面不含玻璃相且具有抗酸性, 氢氟酸酸蚀、硅烷化处理其粘接效果不理想^[2]。如何增加氧化锆的粘接强度一直是研究的热点。随着粘接技术的发展, 新型通用粘接剂出现, 其操作简便, 一物多用方便多模式化, 可用于各种直接、间接修复材料, 如复合树脂、金属、氧化锆、氧化铝及硅基类陶瓷; 可用于全酸蚀、自酸蚀和选择性酸蚀, 由于含功能性磷酸脂单体 (10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate, MDP), 可代替氧化锆处理剂用于氧化锆粘接^[3]。目前关于通用粘接剂的研究很少, 氧化锆处理剂的使用能否提高此类粘接剂的粘接效果结论不一, 因此该实验研究通用粘接剂单独使用及其与氧化锆处理剂联合使用对氧化锆粘接性能的影响。

1 材料与方 法

1.1 材料 Y-TZP 氧化锆 (秦皇岛艾迪特公司); PanaviaTM F (日本可乐丽公司); Single Bond Univer-

sal、RelyXTM Ultimate (美国 3M 公司); All Bond Universal、Duo Link、Z-Prime Plus (美国 Bisco 公司)。

1.2 仪器 慢速打磨机 (韩国世洋公司); 氧化锆烧结炉 (以色列 SINTR 公司); 喷砂机 (荣辉 RH6050A, 刘氏荣辉机械设备有限公司); 万能测试机 (HY-0230, 上海衡翼仪器有限公司); 体视显微镜 (T240C, 台湾显泰 Sun Time 公司); 恒温水浴箱 (上海蓝天仪器有限公司)。

1.3 方 法

1.3.1 瓷块预备 慢速打磨机将氧化锆切割成 12 mm × 10 mm × 6 mm 的长方体共 96 个, 见图 1, 水砂纸打磨使瓷块表面一致, 高温烧结炉内烧结 12 h, 自然冷却, 打磨瓷块粘接面暴露新鲜陶瓷面, 0.4 MPa, 110 μm 氧化铝距粘接面 10 mm 处喷砂 15 s, 超声清洗 10 min, 吹干备用。



图 1 烧结前氧化锆瓷块

1.3.2 树脂柱预备 流动树脂及聚乙烯管制作直径 3 mm、高 4 mm 的树脂柱共 96 个, 水砂纸打磨形成平整一致的粘接面, 清洗备用, 见图 2。



图 2 预成树脂柱

2017-09-20 接收

基金项目: 河南省高等学校重点科研项目计划 (编号: 16A320058)

作者单位: 郑州大学第一附属医院¹ 修复科、² 正畸科, 郑州 450000

作者简介: 谢静, 女, 硕士研究生;

张晓, 女, 副教授, 主任医师, 硕士生导师, 责任作者, E-

mail: zhangxiaoxiao67@126.com

1.3.3 试件的粘接 96个氧化锆瓷块随机分成3组($n=32$):对照组P组(Panavia F)、实验组S组(Single Bond Universal)、A组(All Bond Universal),每组含两个亚组(P1、P2、S1、S2、A1、A2),分别进行喷砂及喷砂+ZPP处理,再与相应的粘接剂粘接,各组试件按厂家说明依次完成粘接。以上试件相同力度指压固定5 min,清除多余粘接剂,光照固化。各亚组随机抽取8个试件37℃恒温水浴24 h,剩余试件沸水水浴72 h后测试剪切强度^[4]。

1.3.4 剪切强度测试 使用万能材料试验机对各试件进行剪切强度测试。

1.3.5 断裂界面类型 体视显微镜下观察试件破坏形式。

1.4 统计学处理 采用SPSS 22.0软件对数据进行统计分析,采用 $\bar{x} \pm s$ 描述数据分布情况,采用独立样本 t 检验,单因素方差分析及LSD法对数据进行分析,检验水准 $\alpha=0.05$,以 $P<0.05$ 为差异有统计学意义。

2 结果

2.1 界面断裂类型 37℃恒温水浴24 h后各组试件界面破坏均以混合破坏为主,100℃恒温水浴72 h后,P1组以界面破坏为主,其余各组均以混合破坏为主。见表1和图3、4。

表1 所有实验试件粘接界面断裂类型(个 $n=96$)

粘结面处理	粘结材料	37℃水浴24 h		100℃水浴72 h	
		界面破坏	混合破坏	界面破坏	混合破坏
喷砂	P1	3	5	5	3
	S1	1	7	3	5
	A1	1	7	3	5
喷砂+处理剂	P2	3	5	3	5
	S2	2	6	1	7
	AS	1	7	0	8

2.2 剪切强度 37℃水浴24 h,两种处理下三种粘接材料粘接强度为 $S>A>P$,但差异均无统计学意义;100℃水浴72 h后,两种处理下三种材料的粘接强度差异有统计学意义($F=132.587、44.100, P<0.001$) 粘接强度为 $S>A>P$;喷砂及喷砂+ZPP两种处理下的粘接效果差异有统计学意义($P<0.05$) ,三种材料均为喷砂+ZPP处理粘接强度优于喷砂处理。见表2。

3 讨论

喷砂可粗化氧化锆表面,提高表面性能,通过微

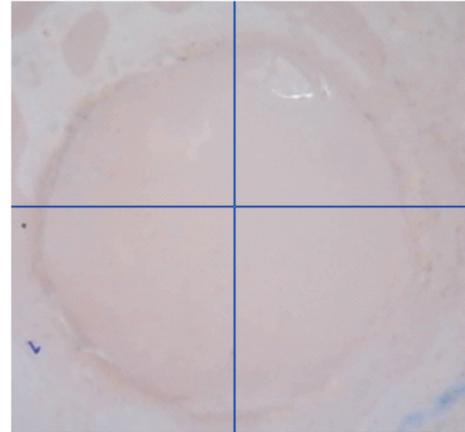


图3 界面破坏 瓷块×20

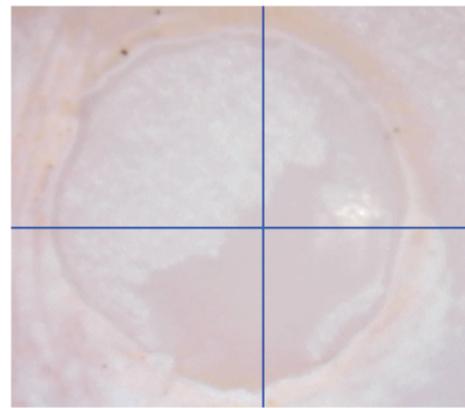


图4 混合破坏 瓷块×20

表2 三种粘接材料老化前后剪切强度(MPa, $\bar{x} \pm s, n=16$)

粘结面处理	粘结材料	37℃水浴24 h		100℃水浴72 h	
		剪切强度		剪切强度	
喷砂	P1	18.33 ± 1.53		7.34 ± 0.70	
	S1	20.44 ± 2.23		12.76 ± 0.55*	
	A1	18.90 ± 3.15		10.79 ± 0.75* #	
喷砂+处理剂	P2	24.28 ± 1.20		16.63 ± 1.45	
	S2	25.65 ± 2.02		23.08 ± 1.45*	
	A2	24.50 ± 1.63		19.86 ± 1.22* #	

与P组比较: * $P<0.05$; 与S组比较: # $P<0.05$

机械锁合作用提高粘接效果^[5]。MDP 其亲水性磷酸末端与氧化锆产生化学结合,甲基丙烯酸酯末端与树脂粘接剂发生聚合,使氧化锆与树脂粘接剂间形成化学键,提高氧化锆粘接强度和耐久性^[6]。含MDP的Panavia F粘接效果优于其他树脂粘接剂,粘接强度足以满足临床需求^[7]。本实验选取Panavia F为对照组,两种通用粘接剂Single Bond Universal和All Bond Universal为实验组,比较通用粘接剂对氧化锆粘接性能的影响。

喷砂处理,37℃水浴24 h,三组材料的粘接强

度均较好;观察界面断裂模式,三组材料均以混合破坏为主,说明三种材料均达到较好的粘接效果。100 °C水浴 72 h,三组粘接强度均下降,P组降低最明显,可见通用粘接剂氧化锆长期粘接强度高于 Panavia F, Panavia F 虽然短期粘接效果好,老化后,其粘接效果明显降低,可能由于树脂水门汀中加入 MDP,所形成的化学键不稳定易水解,老化后粘接强度下降,S、A 两组通用粘接剂中含 MDP,两组粘接强度高于 P 组。MDP 被证实有利于氧化锆的粘接,许多厂家将 MDP 加入各种粘接剂,处理剂或树脂水门汀中,但是哪类产品对氧化锆的粘接起到关键作用并不清楚。de Souza et al^[1] 发现树脂水门汀中加入 MDP 对氧化锆的粘接没有意义,而含 MDP 的粘接剂或处理剂有利于氧化锆粘接,与本实验结果一致。无论喷砂还是喷砂 + ZPP 处理,三组中 S 组初期及长久粘接强度最高,可能与 Single Bond Universal 中既含有 MDP 又含有甲基丙烯酸改性的聚烯酸共聚物,可有效抵制水解作用,这有力地解释了 S 组的长期粘接效果高于其他两组^[8]。

疏水性粘接界面有利于粘接成功。本实验比较两种处理对氧化锆粘接强度的影响显示经过 100 °C 水浴 72 h 喷砂处理下三种材料粘接强度明显下降,喷砂 + ZPP 处理粘接强度变化不明显,说明 ZPP 可以增加氧化锆的粘接强度,保证粘接界面持久稳定。Chen et al^[9] 发现 ZPP 处理过的氧化锆表面为低能、疏水、稳定的界面,能显著提高氧化锆的长期粘接效果。

因此,通用粘接剂粘接效果优于 Panavia F, ZPP 可有效提高氧化锆的初期及长期粘接强度,通用粘

接剂与 ZPP 联合使用比单独使用通用粘接剂粘接效果好。

参考文献

- [1] de Souza G, Hennig D, Aggarwal A, et al. The use of MDP-based materials for bonding to zirconia [J]. *J Prosthet Dent*, 2014, 112(4): 895-902.
- [2] Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis [J]. *J Adhes Dent*, 2015, 17(1): 7-26.
- [3] Kim R J, Woo J S, Lee I B, et al. Performance of universal adhesives on bonding to leucite-reinforced ceramic [J]. *Biomater Res*, 2015, 19: 11.
- [4] Ozcan M, Barbosa S H, Melo R M, et al. Effect of surface conditioning methods on the microtensile bond strength of resin composite to composite after aging conditions [J]. *Dent Mater*, 2007, 23(10): 1276-82.
- [5] Xie H, Li Q, Zhang F, et al. Comparison of resin bonding improvements to zirconia between one-bottle universal adhesives and tribochemical silica coating, which is better [J]. *Dent Mater*, 2016, 32(3): 403-11.
- [6] Seabra B, Arantes-Oliveira S, Portugal J. Influence of multimode universal adhesives and zirconia primer application techniques on zirconia repair [J]. *J Prosthet Dent*, 2014, 112(2): 182-7.
- [7] 王孟武, 孙迎春, 李永斌, 等. 不同粘接系统下氧化锆陶瓷微拉伸粘接强度的对比研究 [J]. *口腔颌面修复学杂志*, 2012, 13(5): 280-3.
- [8] Zhao L, Jian Y T, Wang X D, et al. Bond strength of primer/cement systems to zirconia subjected to artificial aging [J]. *J Prosthet Dent*, 2016, 116(5): 790-6.
- [9] Chen L, Suh B I, Brown D, et al. Bonding of primed zirconia ceramics: evidence of chemical bonding and improved bond strengths [J]. *Am J Dent*, 2012, 25(2): 103-8.

The influence of two universal bonding systems and Z-Prime Plus on the bond strength of zirconia

Xie Jing, Deng Qingwan, Wei Xiaoxia, et al

(Dept of Prosthodontics, The First Affiliated Hospital of Zhengzhou University, Zhengzhou 450000)

Abstract To evaluate the influence of universal bonding systems and Z-Prime Plus (ZPP) on the bond strength of zirconia. Ninety-six zirconia ceramics were randomly divided into 3 groups, the control group P and experiment groups S, A. Each group was divided into 2 sub-groups, treated with blasting and blasting + ZPP, and then bonding with luting cement respectively. Selecting 8 specimens randomly from each sub-group, preserving in 37 °C distilled-water for 24 hours and others in 100 °C boiling-water for 72 hours, the shear bond strength of these specimens was tested. The universal bonding systems had higher bond strength than Panavia F, zirconia has higher and longer bond strength with blasting + ZPP, the universal bonding systems with ZPP can improve the bond strength of zirconia.

Key words zirconia; resin cement; primer