

测试微拉伸粘接强度的影响因素

张振亮综述 傅柏平审校

(浙江大学医学院附属口腔医院修复科 杭州 310006)

[摘要] 微拉伸作为釉质和牙本质粘接剂粘接强度测试的主要方法已被广泛应用,其测试强度与粘接剂的临床应用效果有潜在的相关性。通过微拉伸粘接强度的测试可以了解粘接剂的粘接性能,指导临床应用。牙齿的来源、部位、储存媒介,以及样本粘接面积的大小、样本的几何形态、样本切割速度等因素均会影响微拉伸测试结果。本文就微拉伸样本制备前、制备过程中以及测试结果评价中所产生的影响因素等作一综述。

[关键词] 釉质; 牙本质; 微拉伸粘接强度; 粘接剂

[中图分类号] R 783.1 **[文献标志码]** A **[doi]** 10.3969/j.issn.1673-5749.2012.05.017

Factors in testing the micro-tensile bond strength Zhang Zhenliang, Fu Baiping. (Dept. of Prosthodontics, The Affiliated Hospital of Stomatology, School of Medicine, Zhejiang University, Hangzhou 310006, China)

[Abstract] Micro-tensile bond strength tests have been widely used as a primary method to measure the dental bond strengths of dental adhesive systems. The dental bond strengths are potentially correlated with clinical effectiveness of resin restorations. The micro-tensile bond strength tests provide a clinical guideline of dental adhesive systems. Many factors will affect the micro-tensile bond strengths tested in laboratory studies, such as origin of teeth, regions of teeth, storage media, geometric shapes of specimens, size of cross-sectioned surfaces, sectioning speed and so on. This article systematically reviewed the effect of factors on the micro-tensile bond strengths.

[Key words] enamel; dentin; micro-tensile bond strength; adhesive

随着牙齿粘接剂的迅速发展,短期和长期的粘接强度成为评价牙体粘接效果的重要指标^[1-2]。1994年Sano等^[3]提出了微拉伸粘接强度测试法,通过测试小面积的粘接强度,减少粘接过程中界面缺陷的干扰,降低样本内聚破坏的可能性,获得了较为精确的粘接强度,全球超过多数研究采用了该方法^[1]。但是,不同实验室所得到的数据间没有统一标准,缺乏可比性^[4]。本文将就微拉伸实验中各影响因素进行综述。

1 微拉伸测试的基本过程

在流水下磨平釉质面或暴露的牙本质面,根据实验要求及不同粘接剂的操作步骤规范化地处理牙体表面,并在牙体粘接面上分层堆砌 3~5 mm 的树脂层。通常,经处理的牙齿储存在室温或 37℃水浴中,时间为 24 h 至几年不等。然后垂直

于粘接面,用低速切割仪制备成横截面积约 1 mm×1 mm 的样本条,将样本条通过氰基丙烯酸粘接剂粘固在微拉伸仪器上,以一定的速度进行拉伸测试,直到样本断裂,记录仪器读数。

2 样本制备前的影响因素

2.1 样本来源的种类

许多研究者采用新鲜获得的无龋人体外牙来进行实验。Shimada等^[5]在釉质微拉伸测试中发现,人乳牙的强度接近或略低于恒牙。而Burrow等^[6]对乳牙牙本质行微拉伸测试后发现,其强度总体低于恒牙,但是个别材料则没有显著性差异。在对釉质的研究中发现,牛牙与人牙对光的折射及散射性能在统计学上没有差别,人牙在 X 线阻射性能上与牛牙相似,但是鉴于牛牙的种类、牛的年龄等因素,这种结论并不准确^[7]。Leloup等^[8]通过研究发现,牛牙的釉质粘接强度略低于人牙,但是没有表现出显著差异;牛牙表层牙本质粘接强度与人牙本质粘接强度无显著差异,但是牛牙表层牙本质粘接强度是其深层牙本质粘接强度的

[收稿日期] 2011-12-05; [修回日期] 2012-06-14

[基金项目] 浙江省自然科学基金资助项目(Y2080045)

[作者简介] 张振亮(1986—),男,浙江人,硕士

[通讯作者] 傅柏平, Tel: 0571-87217427

1.6~10.7倍；牛牙与人牙在牙本质小管结构上的规律都是越接近髓腔，牙本质小管直径越大，只有接近釉牙本质界的牛牙本质的小管密度、直径以及管间牙本质密度与人牙本质接近，可以替代人牙完成粘接测试。总体而言，在所有方便获取的哺乳动物牙齿中，牛牙比较适合代替人牙进行微拉伸强度测试。

2.2 样本来源的部位

选用牙齿的哪个部位作为实验对象是整个实验的基本前提，而且会直接影响实验结果。牙本质结构的特殊性使其粘接常出现许多不稳定性，近釉牙本质界表面的牙本质和近牙髓腔表面的牙本质在牙本质小管直径、密度以及管间牙本质面积上存在明显差别，这些都将会影响其粘接强度。有研究^[9]表明，在采用Clearfil SE Bond、Prompt L-Pop和Etch & Prime 3.0这三种粘接系统时，表层牙本质(距髓腔2.0~2.5 mm)相对于深层牙本质(距髓腔0.5~1.0 mm)能获得更大的粘接强度。而有文献^[10]报道采用Prime & Bond NT和FL-Bond这两种粘接系统时，粘接强度没有因为牙本质的深浅而产生显著差异。Carvalho等^[11]认为，釉柱长轴的方向在与微拉伸力加载的方向垂直时也会显著降低粘接的强度。因此，选择人牙作为研究对象时还应该统一研究部位，才能进行有效的比较分析。

2.3 样本的储存

目前常用的离体牙储存媒介主要包括麝香草酚、去离子水、甲醛、氯胺等溶液，根据不同的浓度配比以及温度的控制，可产生多种存储方式。这些都会对微拉伸粘接强度产生不同程度的影响。有研究^[8]表明，低温有利于牙本质的粘接。其中，4℃氯胺或者-20℃湿纱布包裹储存的体外牙，与新鲜牙的粘接强度无显著差异^[12]。4℃、质量分数10%甲醛储存可固化胶原纤维，使牙本质胶原纤维交联，改变粘接剂在牙本质表面的附着方式，不能反映真实情况，因而不推荐作为储存溶液^[12-13]。4℃、质量分数0.02%麝香草酚和去离子水会导致粘接强度的下降，前者可能是因其酚类的特性，抑制甲基丙烯酸树脂的聚合^[12]，后者则会显著降低牙体的弹性模量和硬度，对粘接强度的影响最大^[14]。也有学者^[15]报道，微拉伸粘接强度在室温和4℃储存这两种方式之间没有显著差异，只有当储存温度达到40℃时才会明显降低。除溶液储存外，有学者报道^[16]干燥保存的体外牙于实验前在

蒸馏水中浸泡2周后，所测得的粘接强度与4℃氯胺储存所得到的粘接强度无显著差异。

3 样本制备过程中的影响因素

3.1 样本大小

Sano等^[3]发现，样本测试面积的大小对粘接强度而言是很大的影响因素，在粘接面积处于0.5~2.0 mm²之间时，样本的粘接面积越小，其测得的微拉伸强度越大。Phrukkanon等^[17]也证实了当样本粘接区域制备成圆柱状时，粘接面直径为2 mm的样本，其所测得的粘接强度显著低于粘接面直径为1.2、1.4 mm的样本。这可能是由于粘接面积越大，其粘接面缺陷的概率越大，越有可能降低粘接强度。相反，粘接面缺陷越少，粘接面范围内的应力分布越均匀，粘接强度则越大^[3,18]。微拉伸样本的测试面积控制在0.5~1.5 mm间是比较理想的^[19-20]。

3.2 样本的形状

微拉伸样本需要制备成一定的形状，可以将样本形状分为条形立方状、沙漏状和哑铃状三大类^[18,21]。样本制备的技术分为“修整技术”和“无修整技术”^[1,18-19,21-22]，后者需要使用金刚砂车针在粘接界面周围进行修整。条形立方状无需修整，而沙漏状和哑铃状样本在制备过程中需要用金刚砂车针修整，相对于涡轮机徒手修整，半自动的微拉伸样本成形仪更加标准化和更具可控性，对样本的损伤也更小^[1]。但是修整技术不可避免地会造成粘接界面或者粘接基质内的缺陷，导致粘接界面的应力分布不均匀，从而影响粘接强度^[19]。这些缺陷主要是以微裂纹形式出现在釉质样本的边缘或牙本质样本的混合层内^[23]。修整过的样本往往呈现较低的粘接强度和较高的测试前样本断裂(pre-test failure, PTF)率，但是在沙漏状和哑铃状样本之间没有显著差异^[18]。由于釉质结构内无机物含量占97%，其脆性较大，在样本制备中更易受到应力破坏，形成不可避免的微裂纹，而这种微裂纹会以更快的速度在高脆性结构中扩展，这将显著降低其粘接强度，因此釉质样本倾向于制备成无修整的条形立方状^[22]。相对而言，不同的样本外形对牙本质的粘接强度没有显著差异^[24]，也有文献报道在同等条件下，条形立方状的牙本质样本能获得最高的微拉伸强度^[19]。

3.3 制备样本的切割速度

在样本制备过程中，不可避免地要使用到低

速切割仪, 金刚砂刀片在切割过程中所产生的震荡和热能会破坏牙体组织的完整性, 根据 Griffith 脆断理论, 脆性越高的物质如釉质, 其折断强度越低, 越容易产生粘接界面的破坏, 从而降低粘接强度^[3, 20]。电子显微镜观察发现, 在同等的切割速率下, 釉质因其高脆性会以更快的速度产生更多的微裂纹, 这些微裂纹能破坏了粘接界面的连续性和完整性, 降低了釉质的粘接强度, 并导致更多的样本在测试前断裂^[19]。有研究^[25]表明, 较低的切割速度(每分钟100~200转)可以得到较高的粘接强度, 而当切割速度达到每分钟400转时, 釉质的粘接强度将显著降低, 而这并不影响牙本质。

4 样本的固定及样本测试速度的影响

微拉伸测试前, 样本需要固定在夹具上, 目前大部分微拉伸仪采用平板夹具。有研究^[4]报道, 在夹具上作一条平行于加载力方向的沟槽, 能够使样本固定于其中, 并易于保持粘接面与加载的拉伸力垂直, 使拉伸力集中在粘接平面上。而使用微拉伸样本成形仪夹具的方法可以使样本的长轴更精确地垂直于粘接面, 并获得更可靠的实验数据。

样本的测试速度也会影响实验结果^[4]。目前应用的微拉伸仪, 其测试速度可调范围可从 $0.1 \sim 10.0 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$, 有的甚至超过 $10.0 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$, 目前, 常用的测试速度大多为 $0.5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ 和 $1.0 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ 。有研究^[26]表明, 当测试速度小于 $1.0 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ 时, 粘接界面的应变率没有显著性改变。也有文献报道, 同种粘接剂的粘接强度在 0.1 、 0.5 、 1.0 、 2.0 、 4.0 、 $10.0 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ 这几个测试速度水平上均没有显著性差异。

5 测试前断裂样本的计算方法

在目前的微拉伸测试实验中, 由于各种粘接剂性能的差异, 可能有大量的样本断裂发生在粘接强度测试之前, 即所谓的 PTF, 其中大部分出现在样本切割过程中。当粘接强度小于 5 MPa 时, PTF 将显著增加^[20]。也有学者报道, 当粘接强度超过 13 MPa 时, 几乎不会出现 PTF。对于 PTF 样本的计算方法目前没有统一的标准。现在普遍采用的方法有: 1) 剔除 PTF 样本; 2) 记录 PTF 样本数目, 并以同组可测得样本的最小值取代; 3) 记录 PTF 样本数目, 把粘接强度记为 0。3 种计算方法

对数据均有一定的影响, 但没有出现统计学上的显著差异。由于较高的 PTF 率往往与待测样本的低拉伸强度有关, 所以剔除 PTF 的方法因其无法真实反映粘接强度而并不被推荐。为了避免过多的 PTF 出现, 在控制切割速度的同时, 可以在样本被切割成条状前将其包埋在藻酸盐或者石膏内, 使样本获得更稳定的支持, 减少切割过程中震荡所带来的影响。

6 参考文献

- [1] Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes[J]. Dent Mater, 2010, 26(2): e100-e121.
- [2] Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, et al. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface[J]. Dent Mater, 2008, 24(1): 90-101.
- [3] Sano H, Shono T, Sonoda H, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength—evaluation of a micro-tensile bond test[J]. Dent Mater, 1994, 10(4): 236-240.
- [4] Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, et al. Influence of three specimen fixation modes on the micro-tensile bond strength of adhesives to dentin[J]. Dent Mater J, 2007, 26(5): 694-699.
- [5] Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, et al. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel[J]. Oper Dent, 2002, 27(4): 403-409.
- [6] Burrow MF, Nopnakepong U, Phrukkanon S. A comparison of microtensile bond strengths of several dentin bonding systems to primary and permanent dentin[J]. Dent Mater, 2002, 18(3): 239-245.
- [7] Tanaka JL, Medici Filho E, Salgado JA, et al. Comparative analysis of human and bovine teeth: Radiographic density[J]. Braz Oral Res, 2008, 22(4): 346-351.
- [8] Leloup G, D'Hoore W, Bouter D, et al. Meta-analytical review of factors involved in dentin adherence[J]. J Dent Res, 2001, 80(7): 1605-1614.
- [9] Kaaden C, Powers JM, Friedl KH, et al. Bond strength of self-etching adhesives to dental hard tissues[J]. Clin Oral Investig, 2002, 6(3): 155-160.
- [10] 郑铁丽, 黄翠, 张智星. 2种牙本质黏结系统对不同深度牙本质微拉伸黏结强度的比较[J]. 上海口腔医学, 2009, 18(5): 532-535.
- [11] Carvalho RM, Santiago SL, Fernandes CA, et al. Effects of prism orientation on tensile strength of enamel[J]. J Adhes Dent, 2000, 2(4): 251-257.
- [12] 郑铁丽, 黄翠, 张智星, 等. 离体牙储存方式对牙本质黏结剂微拉伸强度的影响[J]. 上海口腔医学, 2005, 14(2): 147-150.
- [13] Santana FR, Pereira JC, Pereira CA, et al. Influence of

- method and period of storage on the microtensile bond strength of indirect composite resin restorations to dentine [J]. *Braz Oral Res*, 2008, 22(4) 352-357.
- [14] Habelitz S, Marshall GW Jr, Balooch M, et al. Nanoin-dentation and storage of teeth[J]. *J Biomech*, 2002, 35(7) 995-998.
- [15] Donmez N, Ari H, Belli S. Effect of storage temperature on bond strength of a self-etch adhesive system to pulp chamber dentin[J]. *Eur J Dent*, 2009, 3(4) 314-317.
- [16] Mobarak EH, El-Badrawy W, Pashley DH, et al. Effect of pretest storage conditions of extracted teeth on their dentin bond strengths[J]. *J Prosthet Dent*, 2010, 104(2) : 92-97.
- [17] Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin[J]. *Dent Mater*, 1998, 14(2) :120-128.
- [18] Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the micro-tensile bond test[J]. *Dent Mater*, 1998, 14(3) 212-221.
- [19] Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, et al. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths[J]. *Dent Mater*, 2004, 20(7) 643-654.
- [20] Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, et al. Adhesion testing of dentin bonding agents : A review[J]. *Dent Mater*, 1995, 11(2) :117-125.
- [21] Soares CJ, Soares PV, Santos-Filho PC, et al. Micro-tensile specimen attachment and shape—finite element analysis[J]. *J Dent Res*, 2008, 87(1) 89-93.
- [22] Sadek FT, Muench A, Poiate IA, et al. Influence of specimens' design and manufacturing process on micro-tensile bond strength to enamel—laboratory and FEA comparison[J]. *Mat Res*, 2010, 13(2) 253-260.
- [23] Ferrari M, Goracci C, Sadek F, et al. Microtensile bond strength tests : Scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing[J]. *Eur J Oral Sci*, 2002, 110(5) 385-391.
- [24] Betamar N, Cardew G, Van Noort R. Influence of specimen designs on the microtensile bond strength to dentin [J]. *J Adhes Dent*, 2007, 9(2) :159-168.
- [25] Sadek FT, Cury AH, Monticelli F, et al. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens [J]. *Dent Mater*, 2005, 21(12) : 1144-1149.
- [26] Oshida Y, Miyazaki M. Dentin bonding system. Part : Effect of crosshead speed[J]. *Biomed Mater Eng*, 1996, 6(2) 87-100.

(本文编辑 张玉楠)

(上接第 619 页)

- extraction among consecutive patients on oral anticoagulant treatment managed using a specific dental management protocol[J]. *Blood Coagul Fibrinolysis*, 2003, 14(1) : 27-30.
- [10] Evans IL, Sayers MS, Gibbons AJ, et al. Can warfarin be continued during dental extraction? Results of a randomized controlled trial[J]. *Br J Oral Maxillofac Surg*, 2002, 40(3) 248-252.
- [11] You JH, Chan FW, Wong RS, et al. Is INR between 2.0 and 3.0 the optimal level for Chinese patients on warfarin therapy for moderate-intensity anticoagulation[J]. *Br J Clin Pharmacol*, 2005, 59(5) 582-587.
- [12] Carter G, Goss A. Tranexamic acid mouthwash—a prospective randomized study of a 2-day regimen vs 5-day regimen to prevent postoperative bleeding in anticoagulated patients requiring dental extractions[J]. *Int J Oral Maxillofac Surg*, 2003, 32(5) 504-507.
- [13] Landesberg R, Roy M, Glickman RS. Quantification of growth factor levels using a simplified method of platelet-rich plasma gel preparation[J]. *J Oral Maxillofac Surg*, 2000, 58(3) 297-301.
- [14] Wong RS, Cheng G, Chan TY. Use of herbal medicines by patients receiving warfarin[J]. *Drug Saf*, 2003, 26(8) : 585-588.
- [15] Heck AM, DeWitt BA, Lukes AL. Potential interactions between alternative therapies and warfarin[J]. *Am J Health Syst Pharm*, 2000, 57(13) :1221-1230.
- [16] Kamien M. Remove the tooth, but don't stop the warfarin[J]. *Aust Fam Physician*, 2006, 35(4) 233-235.
- [17] Cannegieter SC, Rosendaal FR, Wintzen AR, et al. Optimal oral anticoagulant therapy in patients with mechanical heart valves[J]. *N Engl J Med*, 1995, 333(1) :11-17.
- [18] Scully C, Cawson RA. Medical problems in dentistry[M]. 4th ed. United Kingdom : Butterworth-Heinemann Medical, 1998 49-100.
- [19] Della Valle A, Sammartino G, Marenzi G, et al. Prevention of postoperative bleeding in anticoagulated patients undergoing oral surgery : Use of platelet-rich plasma gel [J]. *J Oral Maxillofac Surg*, 2003, 61(11) :1275-1278.
- [20] Bajkin BV, Popovic SL, Selakovic SD. Randomized, prospective trial comparing bridging therapy using low-molecular-weight heparin with maintenance of oral anticoagulation during extraction of teeth[J]. *J Oral Maxillofac Surg*, 2009, 67(5) 990-995.
- [21] Sacco R, Sacco M, Carpenedo M, et al. Oral surgery in patients on oral anticoagulant therapy : A randomized comparison of different intensity targets[J]. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, 2007, 104(1) : e18-e21.

(本文编辑 张玉楠)