

## 简化乙醇湿粘接技术和不同的桩道冲洗对纤维桩粘接性能的影响

狄贵景 莫宏兵\*

(佳木斯大学附属第二医院口腔医院修复一科 黑龙江 佳木斯 154002)

**[摘要]** 目的:研究简化乙醇湿粘接技术结合桩道内不同溶剂处理对纤维桩粘接性能的影响,为纤维桩粘接的应用提供参考。方法:选取 52 颗单根管离体牙,釉牙骨质界(cemento-enamel junction,CEJ)冠方 2 mm 处截去牙冠后模拟常规的根管治疗和桩道预备。完成后根据桩道冲洗剂的不同随机分成 4 组:A:蒸馏水组(对照组);B:5%次氯酸钠溶液组;C:17%乙二胺四乙酸(ethylene diamine tetraacetic acid,EDTA)溶液组;D:5%次氯酸钠溶液+17%EDTA 溶液组。根据水湿粘接和简化乙醇湿粘接的不同,每组随机分 2 个亚组。将离体牙切片后进行推出实验和扫描电镜(scanning electron microscope,SEM)观察,并对断裂状态计数分析。结果:与 A 组比较,B、C、D 组可以不同程度地去除玷污层。粘接强度测试结果:C 组>B 组>D 组>A 组,简化乙醇组>水湿润组,差异均有统计学意义( $P<0.05$ )。结论:应用 5%次氯酸钠溶液和 17%EDTA 溶液组合对去除桩道内玷污层效果显著;简化乙醇湿粘接技术对本实验中纤维桩粘接的微推出强度有所改善。

**[关键词]** 纤维桩 桩道玷污层 简化乙醇湿粘接技术 粘接强度

**[文献标识码]** A **[文章编号]** 1671—7651(2018)09—0979—04

**[doi]** 10.13701/j.cnki.kqxyj.2018.09.014

**Effect of Simplified Ethanol Wet Bonding and Different Strategies of Root Canal Irrigation on Bonding Strength of Fiber Post.** *DI Gui-jing, MO Hong-bing\**. Department of Prosthodontics, The Second Affiliated Hospital of Jiamusi University, Jiamusi 154002, China.

**[Abstract]** **Objective:** To evaluate the effect of simplified ethanol wet bonding and different treatments on the surface of post space wall, so as to provide reference for the application of fiber post bonding. **Methods:** Fifty-two single root canal teeth were collected. The crowns of teeth were sectioned 2 mm above the cemento-enamel junction. After the root canal treatment, post space was prepared. The specimens were randomly divided into 4 groups according to different solvent treatment. Group A: distilled water irrigation (control group); group B: irrigation with 5.25% sodium hypochlorite (NaClO) solution; group C: irrigation with 17% EDTA solution; group D: irrigation with 5% NaClO followed by 17% EDTA solution. Each group was randomly assigned into two subgroups according to different substrate conditions (water-wet or simplified ethanol-wet). Each specimen was sectioned into thick slises. The push-out test was performed. The dentin surface and bonding interface were examined under SEM. The fracture mode were analyzed. **Results:** Compared with control group, the smear layer was removed to varying degrees in the other three groups. The result of bond strength was: C>B>D>A and ethanol-wet>water-wet ( $P<0.05$ ). **Conclusion:** Irrigation with 5% NaClO followed by 17%EDTA solution can eliminate the smear layer effectively. The application of simplified ethanol wet bonding technology can get higher bonding strength of fiber post in this experiment.

**[Key words]** Fiber post Smear layer Simplified ethanol-wet bonding Bond strength

桩核技术的产生和发展已有近三百年的历史,随着新材料发展,纤维桩应运而生,并很快在临床得到广泛应用。纤维桩有很多优良特性:耐化学腐蚀、抗疲劳、无毒性、美观、预成形、便捷易操作。纤维

桩在力学性能上最突出的优势为其弹性模量与牙体组织接近<sup>[1]</sup>,在受力时先于牙体组织发生折裂,发挥保护作用。邓东来等<sup>[2]</sup>进行 4 年的回顾性临床研究结果显示,纤维桩成功率达 95%,且在随访中未发现根折,效果较好。对不同类型纤维桩的比较结果,纤维桩的抗根折性能较好<sup>[3]</sup>。表明纤维桩的应用可以明显改善金属桩易根折的难题。随着临床应用推

作者简介 狄贵景(1989~),女,山东济宁人,硕士在读,主要从事口腔修复学的临床及基础研究工作。

\* 通讯作者 莫宏兵,E-mail:mhbys@163.com

广,多数医生发现较高的脱落率对纤维桩核修复的长久性产生不利影响。目前对于纤维桩粘结的研究已有一定广度和深度,基本可以满足临床需要,但是存在微渗漏、耐久性、老化等问题。在本实验中主要从纤维桩道内玷污层的处理及采用不同湿粘接技术来增加树脂粘结剂渗透两个层面对纤维桩粘结的影响,以期寻求改善纤维桩临床粘结的方法,为纤维桩核技术的研究应用提供一定的实验参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 主要器材

POPO 纤维桩(直径 1.4 mm,北京实德隆科技发展有限公司);派丽登树脂水门汀(美国 Pulpdent 公司);格鲁玛通用型粘结剂(贺利氏古莎齿科有限公司);AH-Plus 根充糊剂、光固化机(美国 Dentsply 公司);17%乙二胺四乙酸(ethylene diamine tetraacetic acid, EDTA)溶液(天津中鼎生物医学科技有限公司);100%酒精(天津市科密欧化学试剂有限公司);低速金刚砂切片器(路业通达);万能材料试验机(济南试金集团有限公司);扫描电镜(JSM-6360LV,日本)。

### 1.2 样本收集要求

筛选 52 颗人离体牙,要求:单根管,牙体组织完整无损,根尖闭合,牙根无较大弯曲,根长和直径相近,消毒后置于生理盐水中 4℃ 保存,每日更换溶液,1 个月内使用。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 根管治疗与桩道预备

垂直于牙长轴方向在釉牙骨质界(cemento-enamel junction, CEJ)上方 2 mm 切去冠部。清理根管内的软组织畅通根管,工作长度为根管口断面到根尖开口上方 1 mm。冠退法预备冲洗根管,干燥根管内壁,AH-Plus 配合牙胶冷侧压充填法进行根充,X 线片下对密实度和根尖情况进行检查确认充填完好,否则重新充填。用玻璃离子水门汀封闭根管口。初凝后生理盐水中 37℃ 恒温保存,7 d 后取出进行桩道预备,预备至与 1.4 mm 纤维桩相匹配,保留根尖 3~4 mm 的区域封闭性完整。

#### 1.3.2 实验分组与纤维桩粘接

根据冲洗溶剂的不同随机分为 4 组:A:5 mL 蒸馏水冲洗(对照组);B:5 mL 5% 次氯酸钠溶液冲洗;C:5 mL 17% EDTA 溶液冲洗;D:5 mL 次氯酸钠溶液+5 mL 17% EDTA 溶液冲洗。每组处理完成后用 10 mL 蒸馏水反复提拉冲洗,纸尖吸去多余的水分,进行水和简化乙醇湿润。水湿润组:蒸馏水冲洗 20 s,纸尖吸去多余的水分,同时保证桩道内表面的湿润。乙醇湿润组:在水湿润组的基础上用 100% 乙醇对桩

道进行冲洗 3 次,每次 15 s,用纸尖吸去多余的乙醇,同时不能让乙醇完全蒸发,保持桩道牙本质表面的湿润。按照材料说明进行纤维桩的粘结和固化。

将所有处理完成的离体牙于生理盐水中恒温静置 24 h,为模拟口腔环境,温度设为 37℃。取出所有离体牙,拭干表面的水分,用 5 mL 的黏膜注射器针管作模具进行自凝树脂包埋,保证纤维桩与针管壁方向平行。待凝固后将离体牙片切为 1 mm 的薄片,方向与纤维桩呈 90°。每个牙根切取 6 片试件,按照从上到下的顺序分为根上部、根中部和根尖部 3 组。每组选取 3 片进行扫描电镜下观察树脂突。其余每组试件进行推出实验测定试件桩-牙分离的力值。

#### 1.3.3 微推出强度测试与断裂模式的观察统计

试件平放于基座上,保持方向一致和试件的稳定,试件中纤维桩部分完全位于基座的孔隙内,进行推出实验。根据纤维桩直径选择适合的加载头,要求加载头只与纤维桩有接触,设置预载荷为 5 N,传感器 500 N,加载速度为 1 mm/min,环境温度(20±5)℃。在纤维桩被推出时停止加载,在应力-时间曲线上会出现骤降的趋势,记录此时的数值,即为该试件的最大破坏载荷值。薄片的厚度采用游标卡尺测量,每个试件在交叉方向测量并记录 4 个位置的厚度值,取其平均值作为薄片的厚度。取薄片中与牙体组织产生粘结的纤维桩的表面积作为试件的粘接面积。计算公式如下:粘接面积(S)= $\pi dh$ (其中 d 为纤维桩的直径,h 为试件的厚度, $\pi$  取值 3.14),粘接强度 P=F/S(其中 F 为最大破坏载荷值,S 为试件的粘接面积)。

粘结试件桩-牙分离类型的观察与数据统计:将进行薄片推出实验后的试件体式显微镜下观察(×40)分离界面状态,桩-牙断裂预想有以下 5 种类型:a:含部分牙体组织破坏的混合破坏;b:两者分离发生在桩道内牙体组织与粘结剂之间;c:断裂只发生在粘结层内,不涉及牙体组织和纤维桩;d:粘结剂与桩之间的混合断裂,牙体组织完好;e:只有纤维桩本身的破坏。

#### 1.3.4 扫描电镜观察

待测试件经脱水、干燥、喷金后进行扫描电镜检测,观察桩道冲洗处理后牙本质表面形貌以及粘结纤维桩后粘接界面树脂突的结构,并进行拍照。

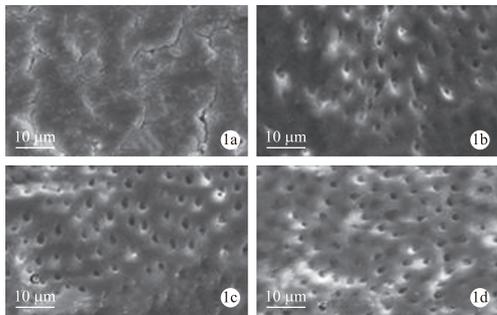
#### 1.3.5 统计学分析

对所有数据进行 SPSS 17.0 统计软件分析,粘结强度比较采用 LSD 检验,对断裂方式进行 Fisher 确切概率法检验,以 P<0.05 为

差异有统计学意义。

## 2 结果

2.1 扫描电镜下观察不同溶剂处理桩道后牙本质表面的超微结构 不同冲洗剂处理后根管内牙本质表面超微结构见图 1。5%次氯酸钠溶液组、17%EDTA 溶液组大部分的玷污层被去除,可见少许的残留碎屑,牙本质小管部分开放,两者的组合时桩道表面极少量残屑,牙本质小管完全开放,管口清晰。



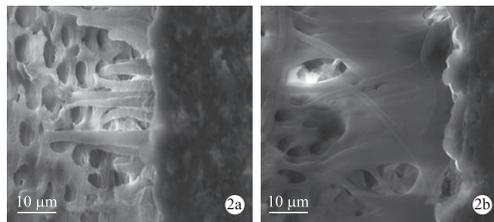
1a: 蒸馏水对照组; 1b: 5%次氯酸钠溶液组; 1c: 17%EDTA 溶液组; 1d: 5%次氯酸钠溶液+17%EDTA 溶液组

图 1 不同冲洗剂处理的牙本质超微结构(×2000)

Fig. 1 Ultrastructure of dentin with different irrigants(×2000)

2.2 扫描电镜下观察不同润湿后粘接界面的超微结构 不同湿粘处理后粘接界面树脂突的超微结构见图 2。经水润湿后粘接剂所形成的树脂突大多

数较短,形态呈短棒状,长短不均,而且树脂突数量少;乙醇润湿后粘接剂形成较为均一的杂化层,大部分树脂突长且紧密,数量较水湿润明显增多,排列较为均匀。



2a: 蒸馏水润湿组; 2b: 100%乙醇润湿组

图 2 不同润湿下树脂突超微结构(×2000)

Fig. 2 Ultrastructure of resin under different wetting conditions(×2000)

2.3 微推出粘接强度比较 各组试件粘接强度实验结果见表 1。

2.4 粘接界面断裂模式比较 各组断裂模式统计见表 2。本实验中桩一牙分离多发生在牙体组织与粘接剂界面及含牙体组织的混合破坏,粘接剂层内聚破坏较少,未观察到纤维桩的内聚破坏。

## 3 讨论

纤维桩的粘接较为复杂,涉及到牙体组织、树脂粘接剂、纤维桩多界面的复合粘接,在临床中纤维桩

表 1 各组微推出强度测试值比较

Table 1 The push-out bonding strength in each group

MPa,  $\bar{x} \pm s$

| 分组                             | 推出强度       |            |            | 平均值        |
|--------------------------------|------------|------------|------------|------------|
|                                | 根上部        | 根中部        | 根下部        |            |
| 蒸馏水冲洗+蒸馏水润湿                    | 12.08±1.17 | 10.69±0.99 | 8.73±1.50  | 10.50±1.84 |
| 蒸馏水冲洗+100%乙醇润湿                 | 13.37±0.91 | 11.74±2.19 | 9.51±1.20  | 11.54±2.19 |
| 5%次氯酸钠溶液冲洗+蒸馏水润湿               | 15.26±2.25 | 12.97±1.72 | 10.93±1.52 | 13.05±2.54 |
| 5%次氯酸钠溶液冲洗+100%乙醇润湿            | 17.30±2.01 | 15.27±1.95 | 13.18±2.33 | 15.25±2.66 |
| 17%EDTA 溶液冲洗+蒸馏水润湿             | 17.36±1.89 | 15.04±2.47 | 13.01±1.76 | 15.14±2.69 |
| 17%EDTA 溶液冲洗+100%乙醇润湿          | 20.24±0.84 | 17.97±1.23 | 15.60±0.89 | 17.94±2.16 |
| 5%次氯酸钠溶液+17%EDTA 溶液冲洗+蒸馏水润湿    | 13.23±1.25 | 11.38±1.04 | 9.47±1.02  | 11.36±1.89 |
| 5%次氯酸钠溶液+17%EDTA 溶液冲洗+100%乙醇润湿 | 15.36±2.20 | 13.53±1.43 | 11.42±2.18 | 13.44±2.51 |

表 2 各组微推出后断裂模式的观察

Table 2 Failure modes of specimens in each group after push-out test

颗

| 分组                             | 断裂模式    |           |          |           |       |
|--------------------------------|---------|-----------|----------|-----------|-------|
|                                | 含牙体混合破坏 | 牙-粘接剂界面破坏 | 粘接剂层内聚破坏 | 桩-粘接剂界面破坏 | 桩内聚破坏 |
| 蒸馏水冲洗+蒸馏水润湿                    | 8       | 17        | 0        | 5         | 0     |
| 蒸馏水冲洗+100%乙醇润湿                 | 6       | 18        | 0        | 6         | 0     |
| 5%次氯酸钠溶液冲洗+蒸馏水润湿               | 10      | 14        | 0        | 6         | 0     |
| 5%次氯酸钠溶液冲洗+100%乙醇润湿            | 9       | 18        | 3        | 0         | 0     |
| 17%EDTA 溶液冲洗+蒸馏水润湿             | 10      | 14        | 3        | 3         | 0     |
| 17%EDTA 溶液冲洗+100%乙醇润湿          | 6       | 18        | 0        | 6         | 0     |
| 5%次氯酸钠溶液+17%EDTA 溶液冲洗+蒸馏水润湿    | 6       | 18        | 0        | 6         | 0     |
| 5%次氯酸钠溶液+17%EDTA 溶液冲洗+100%乙醇润湿 | 8       | 19        | 0        | 3         | 0     |

修复失败多发生在根管内牙体组织和树脂粘结剂之间粘结的破坏。这也是近年来多数学者研究纤维桩粘结的热点。

纤维桩粘结主要涉及已根管治疗的牙齿,无牙本质小管内液体流动对粘结对抗力的作用且小管数量多,密度较高,小管方向垂直桩道表面,利于纤维桩的粘结。长期的慢性刺激产生硬化牙本质,硬化区小管钙化堵塞、间断杂乱、胶原变性、数量少,也成为粘结中的薄弱区。桩道内壁是一个倒锥状细长管状结构,操作较困难,也可以影响纤维桩的粘结效果。

在桩道预备中,玷污层是不可避免的,其阻碍粘结剂的渗入,影响纤维桩的粘结。目前临床中多采用溶剂冲洗去除玷污层。EDTA在根管治疗中多作为润滑剂,通过与金属离子的配位发挥作用。冲洗时,EDTA只对表面无机物起作用,与羟灰石晶体中的钙离子配位形成可溶性螯合物而使牙本质发生脱矿。EDTA只去除表面浅层的无机物,保留纤维网状结构,牙本质表面自身的管腔结构不会损坏,管口完整,使牙面表层结构保持它的完整性<sup>[4]</sup>。但是表面残留有机物覆盖妨碍了溶液的渗入,影响EDTA进一步发挥作用,临床中多与其他溶剂联合应用。同时EDTA对根尖区和软组织没有不良反应,不会造成强烈的刺激反应。而且有研究表明,EDTA中的极性基团可以促进粘结剂渗入,增强粘结性能。

次氯酸钠通过溶液释放的次氯酸作用于蛋白质,使其末端氯化降解,从而溶解玷污层中的有机物,达到去除玷污层的效果。次氯酸钠和EDTA联合使用具有协同增强作用,次氯酸钠溶解玷污层中的有机物,解除了有机物对EDTA的阻碍,利于EDTA进一步发挥脱钙作用溶解玷污层中的无机物,彻底去除桩道内表面玷污层和小管内的玷污栓,开放小管口,形成干净整洁的粘结面。电镜观察结果中也得到证实,两者的联合几乎去除表面的玷污层,表面整洁,管口开放,达到了理想的效果。

在粘结强度比较中两者单独使用时高于组合时的强度。这可能是组合冲洗导致表面胶原纤维网结构溶解破坏,降低了有效树脂突的形成。程绘等<sup>[5]</sup>研究次氯酸钠溶液与EDTA组合可导致牙本质胶原降解。由于次氯酸钠的蛋白水解作用,对次氯酸

钠浓度的选择持慎重态度。本实验组合强度降低是由于次氯酸钠溶液浓度问题还是组合冲洗的原因需要进一步实验验证。

牙本质的表面状态同样影响粘结效果,水湿粘结中过多水分和亲水性成分的引入出现“相分离”,聚合不全导致纳米微渗漏。Pashley等<sup>[6]</sup>提出乙醇湿粘结技术,用梯度乙醇置换出牙本质基质中的水分同时促进疏水性树脂向纤维网状结构内的渗入,从而提高粘接强度和耐久性<sup>[7]</sup>。因操作繁琐,耗时长,与临床简洁原则相悖,简化乙醇湿粘结技术同样可获得相近的强度。本实验采用了该研究中简化的技术步骤。从扫描电镜观察,简化乙醇湿粘结相较于水润湿可以形成更高质量的混杂化层,树脂突数量多,长度较长且较均一。从粘结强度结果上看简化乙醇湿润组同样较水湿润组显著提高了纤维桩的粘结。乙醇是具有双向溶解性的两性溶剂,可替换出牙本质中的水分,又可促进粘结剂中的疏水性成分进入纤维网中,增加牙本质表面的疏水性,改善粘结界面的表面状态,从而促进粘结质量的提高。

综上所述,该实验中简化乙醇湿粘结处理与水湿粘结处理比较,前者提高了纤维桩的粘结强度。本实验中不同的桩道冲洗溶液的选择其结果也各异,不建议采用5%次氯酸钠溶液与17%EDTA溶液的组合冲洗,其粘结强度弱于单独运用两者冲洗时的粘结强度。

## 参考文献

- [1] 刘居智,孙艳丽.冠延长术结合纤维桩及全瓷冠修复上切牙残根临床应用[J].口腔颌面修复学杂志,2014,15(3):153-154
- [2] 邓东来,黄翠.纤维桩系统与金属桩系统性能及临床应用的比较[J].国外医学口腔医学分册,2005,32(1):52-54
- [3] 李恬,宋文植,刘家明.纤维桩的应用研究[J].长春中医药大学学报,2015,31(1):217-219
- [4] 康钧棠,李婷婷,夏文薇.EDTA预处理硬化牙本质对树脂粘结强度的影响[J].口腔医学研究,2012,28(60):576-579
- [5] 程绘,杨健.次氯酸钠在根管冲洗中的应用进展[J].南昌大学学报,2014,54(9):102-104
- [6] Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM, et al. From dry bonding to water-wet bonding to ethanol-wet bonding. A review of the interactions between dentin matrix and solvated resins using a macromodel of the hybrid layer [J]. Am J Dent, 2007, 20(1): 7-20
- [7] 魏裕,李彦.牙本质乙醇湿粘接理论与技术的研究现状[J].国际口腔医学杂志,2011,38(5):542-545

[收稿日期:2017-11-29]

(本文编辑 关隽)