

Er:YAG 激光和酸蚀预处理对自粘树脂水门汀粘结强度的影响

张晓燕,吴凤鸣*

(南京医科大学口腔疾病研究江苏省重点实验室,南京医科大学附属口腔医院修复科,江苏 南京 210029)

[摘要] **目的:**探讨 Er:YAG 激光和酸蚀预处理对自粘树脂水门汀粘结强度的影响。**方法:**44 颗前磨牙根据对牙本质表面预处理方式的不同随机分为 4 组:对照组、Er:YAG 激光组、酸蚀组(35%磷酸)、Er:YAG 激光+酸蚀组。每组 11 颗牙中随机选出 1 颗切取 3 mm 厚牙本质片,按相应分组要求预处理后进行扫描电镜观察;每组剩余 10 颗牙制备一致标准牙本质表面后按相应分组要求预处理,用自粘树脂水门汀 RelyX™ Unicem 将其与 Everest ZS 氧化锆瓷片粘结,24 h 后测试各组剪切粘结强度并进行统计分析。**结果:**扫描电镜观察显示采用不同方式预处理后,牙本质表面形态改变明显;统计分析结果显示剪切粘结强度由高到低为 Er:YAG 激光组(7.18 ± 2.54)MPa、Er:YAG 激光+酸蚀组(5.50 ± 2.09)MPa、对照组(4.05 ± 1.04)MPa、酸蚀组(3.61 ± 0.70)MPa;Er:YAG 激光组、Er:YAG 激光+酸蚀组与对照组有显著性差异($P < 0.05$),酸蚀组与对照组无显著性差异($P > 0.05$)。**结论:**酸蚀对自粘树脂粘结强度的改变无明显影响,Er:YAG 激光预处理能有效提高自粘树脂与牙本质和氧化锆瓷的粘结强度。

[关键词] Er:YAG 激光;酸蚀;自粘树脂;扫描电镜;剪切粘结强度

[中图分类号] R783.1

[文献标志码] A

[文章编号] 1007-4368(2015)05-732-05

doi:10.7655/NYDXBNS20150531

The effect of Er:YAG laser and/or acid-etching pretreatment on the bond strength of self-adhesive resin cement

Zhang Xiaoyan, Wu Fengming*

(Jiangsu Key Laboratory of Oral Diseases, Department of Prosthodontics, Affiliated Hospital of Stomatology, NJMU, Nanjing 210029, China)

[Abstract] **Objective:** To investigate the effect of Er:YAG laser and/or acid-etching pretreatment on the bond strength of self-adhesive resin cement. **Methods:** Forty-four extracted human premolars were randomly divided into 4 groups according to the different pretreatment on the dentin surface: Control group, Er:YAG laser group, acid-etching group, and Er:YAG laser+acid-etching group. One tooth selected randomly from each group was cut into 3 mm dentin slices, then observed under Scanning electron microscopy (SEM) after pretreatment. The remaining ten teeth were prepared into the consistent standards dentin surface, then bonded with the self-adhesive resin cement RelyXTM Unicem and Everest ZS zirconia ceramic after pretreatment, tested shear bond strength after 24 h. **Results:** SEM showed the differences of dentin surface morphology pretreated by different methods. The results of statistical analysis showed that the shear bond strength in the order from high to low is Er:YAG laser group(7.18 ± 2.54 MPa), Er:YAG laser with acid-etching group (5.50 ± 2.09 MPa), Control group (4.05 ± 1.04 MPa), and Acid-etching group(3.61 ± 0.70 MPa); there was a significant difference between Er:YAG laser group, Er:YAG laser with acid-etching group and Control group ($P < 0.05$), however, there was no significant difference between Acid-etching group and Control group ($P > 0.05$). **Conclusion:** The study shows that the influence of acid-etching on the shear bond strength of self-adhesive resin is not obvious, while Er:YAG laser pretreatment can obtain better dentin bonding surface, and improve the shear bond strength of the self-adhesive resin with dentin and zirconia ceramic.

[Key words] Er:YAG laser; Acid-etching; Self-adhesive resin; Scanning electron microscopy; Shear bond strength

[Acta Univ Med Nanjing, 2015, 35(05):732-736]

[基金项目] 江苏高校优势学科建设工程资助

*通信作者(Corresponding author), E-mail: wudent@sina.com

树脂水门汀具有美学匹配性好、口内溶解度小、边缘封闭性佳等优点,成为全瓷修复中最常用的粘结剂。新型的自粘结树脂水门汀简化了临床操作步骤,降低了技术敏感性而广泛应用于全瓷修复的粘结,但相关研究表明^[1-2],其粘结效果并不乐观,粘结强度不如全酸蚀与自酸蚀系统。如何提高自粘结树脂水门汀的粘结强度已为不少学者所重视。本实验通过探讨 Er:YAG 激光和酸蚀预处理对牙本质表面形态及剪切粘结强度的影响,为临床应用提供相关参考依据。

1 材料和方法

1.1 材料

AT Fidelis 牙科激光治疗仪,R14 型接触式激光手柄(Fotona 欧洲之星激光公司,斯洛文尼亚),35%磷酸酸蚀剂(格鲁玛公司,美国),场发射扫描电子显微镜(1530VP,LEO,德国);电子万能材料试验机(Instron Crop 公司,美国);Isomet 低速切割机(Buehler 公司,美国);Everest ZS 氧化锆陶瓷块胚体(Kavo 公司,美国),RelyX™ Unicem 通用自粘结树脂型水门汀(3M ESPE 公司,美国),数显恒温水浴锅 HH-2 (国华电器有限公司),320、400、600 目水砂纸(上海砂轮机股份有限公司),自凝塑料(上海医疗器械股份有限公司齿科材料厂),牙齿样本包埋模具(直径 22.0 mm、厚 20.0 mm,自制)。

1.2 方法

1.2.1 离体牙的收集和分组

选取南京医科大学附属口腔医院外科门诊因正畸拔除的完整前磨牙 44 颗,去除牙周残留的软组织和牙石,超声洗净后置于 4℃ 0.9%的生理盐水中存放,每周换水 1 次,保存时间不超过 1 个月。实验时将 44 颗前磨牙随机分为 4 组,每组 11 颗:对照组、Er:YAG 激光组(150 mJ,10 Hz)、酸蚀组(35%磷酸)、Er:YAG 激光组+酸蚀组。

1.2.2 试件制备

1.2.2.1 氧化锆瓷片的制备

Everest ZS 氧化锆陶瓷块胚体在低速切割机下切割成 5.0 mm×5.0 mm×3.0 mm 的瓷片,并按厂家提供程序烧结,600 目水砂纸打磨瓷片表面,蒸馏水超声清洗 5 min,吹干后随机分为 4 组,每组 10 片。

1.2.2.2 牙本质试件制备

每组中随机选出 10 颗前磨牙,低速切割机在流水下垂直于牙长轴磨除牙合面釉质,暴露牙本质表面。调拌自凝塑料,倒入自制的包埋模具中,将离

体牙牙颈部以下置入自凝塑料中,去除周围多余的自凝塑料。待自凝塑料完全凝固后,去除包埋模具,形成直径 22.0 mm、高 20.0 mm 的牙本质试件。在流水冲洗下,依次以 320、400、600 目水砂纸打磨牙本质表面,每种砂纸打磨 20 s,预备形成一致标准的牙本质粘接面,蒸馏水超声清洗 5 min。

1.2.2.3 牙本质试件的分组处理

对照组的牙本质试件表面不做任何处理;Er:YAG 激光组参照前期试验设置:MSP 模式,脉冲长度为 100 μs,能量 150 mJ,频率为 10 Hz,水汽比例为 6:4,采用 R14 型接触式激光手柄对牙本质表面预处理 10 s;酸蚀组的牙本质表面用 35%磷酸酸蚀 15 s,冲洗 20 s;Er:YAG 激光和酸蚀组,先用 Er:YAG 激光组方法处理牙本质表面,再用酸蚀组方法处理牙本质表面;所有分组按相应处理后用无水无油的空气轻吹 2~3 次,保证牙本质表面有轻微光泽。

1.2.2.4 粘结试件的制备

将预制直径为 3.0 mm 的圆孔双面胶纸黏于备用的牙本质试件表面,注意避免牙本质粘接面污染和过度干燥。RelyX™ Unicem 通用自粘结树脂型水门汀使用配套机器混合后借助输送枪涂布于待粘牙本质表面,氧化锆瓷片就位后用 500 g 砝码加压 2 min,探针去除多余粘结剂后,分别在氧化锆瓷片上方及粘接界面四周各光照 20 s,放置 30 min 后将试件置于 37℃ 生理盐水中储存 24 h 后,测其剪切粘结强度。

1.2.3 扫描电镜观察

每组剩余 1 颗前磨牙切取 3.0 mm 厚的牙本质片,按照 1.2.2.3 的方法进行分组处理,干燥后表面喷金,在场发射扫描电子显微镜下分别观察各组牙本质的表面形貌。

1.2.4 剪切粘结强度的测定

连接万能试验机,将粘结试件固定于万能试验机上,使加载头平行于粘接面,设置加载速度为 0.5 mm/min,测试其剪切断裂时的最大载荷力(N),并计算剪切粘结强度值(MPa),即断裂时最大载荷力/粘接面积(N/mm²)。

1.3 统计学方法

采用 SPSS17.0 统计软件对实验数据进行统计分析。剪切粘结强度以均数 ± 标准差($\bar{x} \pm s$)表示,分析前做方差齐性检验,方差不齐则进行数据转换(对数转换)后进行单因素方差分析(one-way ANOVA),多重比较采用 SNK 法,检验水准 $\alpha=0.05$, $P \leq 0.05$ 为差异有统计学意义。

2 结果

2.1 各组 SEM 下牙本质的表面形态

对照组可见牙本质表面凹凸不平, 存在玷污层, 牙本质小管被堵塞封闭, 呈结节状, 管周伴较多微裂纹, 管间牙本质较管周牙本质颜色深; Er:YAG 激光预处理后, 牙本质表面呈凹凸不平鳞片状, 无玷污层, 牙本质小管完全开放, 管周少见微裂纹, 管周牙本质突出于表面; 酸蚀组牙本质表面平坦洁净, 无玷污层, 牙本质小管完全开放, 小管周围可见微裂缝; Er:YAG 激光+酸蚀组可见牙本质表面较酸蚀组粗糙不平, 较 Er 激光组平整光滑, 表面微裂缝少见(图 1)。

2.2 剪切粘结强度测试结果

单因素方差分析结果 $F=9.919, P < 0.05$, 差异有

统计学意义($P < 0.05$); SNK 多重比较结果显示 Er:YAG 激光组、Er:YAG 激光组+酸蚀组与对照组之间差异有统计学意义 ($P < 0.05$), Er:YAG 激光预处理、Er:YAG 激光组+酸蚀组预处理可增强剪切粘结强度; 酸蚀组与对照组之间差异无统计学意义 ($P > 0.05$, 表 1, 图 2)。

表 1 各组剪切粘结强度结果
Table 1 Shear bond strength of each group

组别	剪切粘结强度 ($n=10, \bar{x} \pm s, \text{MPa}$)
对照组	4.05 ± 1.04
Er:YAG 激光组	$7.18 \pm 2.54^*$
酸蚀组	3.61 ± 0.70
Er:YAG 激光+酸蚀组	$5.50 \pm 2.09^*$

与对照组比较, * $P < 0.05$ 。

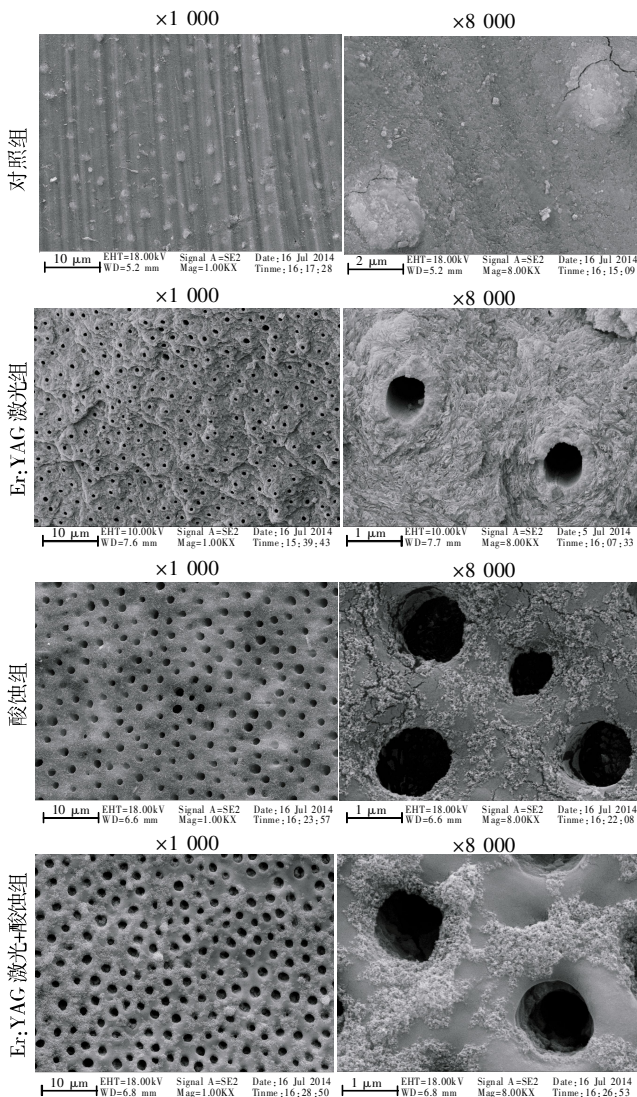


图 1 各组牙本质表面形态

Figure 1 The dentin surface morphology of each group

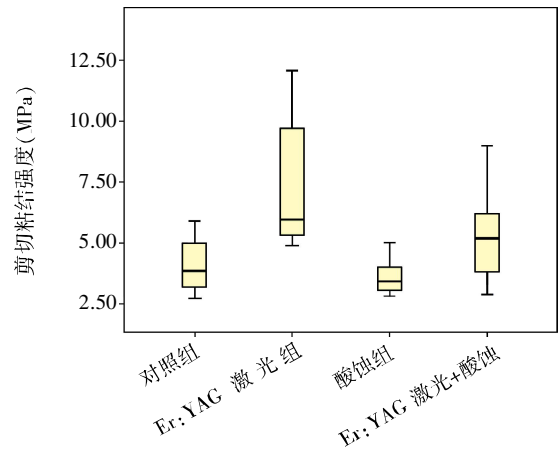


图 2 各组剪切粘结强度分布

Figure 2 Distribution of shear bond strength of each group

3 讨论

随着口腔材料的发展和水平的提高,人们对美观的要求越来越高,全瓷修复的应用日益广泛。和传统陶瓷材料相比,氧化锆因具有强度高、生物相容性好、遮色效果佳等优点常作为全瓷修复的基底材料。基底陶瓷材料与牙体组织间的粘结是决定全瓷修复成功的重要环节之一。影响全瓷-牙本质粘结效果的因素有很多,其中粘结剂的选择和牙齿的表面处理对于延长修复体的使用时间尤为重要。近年来新型的自粘结树脂水门汀因其临床操作简单,美学匹配性好,牙齿敏感可能性小深得临床医师的亲睐。粘结强度是反映粘结效果的重要指标,有学者的研究表明,自粘结树脂水门汀的粘结强度并不太理想,传统的全酸蚀技术仍是粘结强度最高的粘结技术^[1-2]。

为增强树脂水门汀的粘结强度,临床多采用

35%~37%的磷酸酸蚀技术对牙本质表面进行预处理,以去除玷污层,开放牙本质小管增加粘结面积,但是酸蚀对于自粘结树脂粘结效果的影响报道不一,多数学者的研究表明酸蚀可降低自粘结树脂与牙本质的粘结强度^[3-4],少数学者则认为酸蚀可提高粘结强度^[5]。本实验中,酸蚀组牙本质表面经过35%的磷酸酸蚀后测试剪切粘结强度,统计结果与对照组无显著性差异,酸蚀组的剪切粘结强度(3.61 ± 0.70)MPa 较对照组的剪切强度(4.05 ± 1.04)MPa 有所下降;Er:YAG 激光+酸蚀组剪切粘结强度明显高于对照组和酸蚀组,但是低于 Er:YAG 激光组,差异具有统计学意义。酸蚀后不能有效提高粘结强度,而且粘结强度数值有下降趋势,分析原因,首先自粘结树脂水门汀的粘结机制与传统粘结系统有所不同,传统型树脂水门汀主要是靠酸蚀牙本质使其脱矿,继而流动性好的树脂渗入脱矿层和牙本质小管形成混合层和树脂突而产生机械固位,自粘结树脂水门汀黏稠性高,流动性差,虽然酸蚀后牙本质小管开放,但树脂难以渗入酸蚀脱矿后的胶原纤维网和牙本质小管,未被树脂包裹的胶原纤维网和表面微裂从而成为粘结的薄弱环节,故不能达到有效提高粘结强度的目的。很多学者的研究也显示自粘结树脂水门汀与牙本质表面未见明显树脂突和混合层形成^[6-7]。其次,自粘结水门汀与牙本质的粘结虽以化学粘结为主^[7],但牙本质表面的粗糙不均亦可加大有效粘结面积,提高机械嵌合力,增加粘结强度。SEM 下对比发现,对照组表面虽有玷污层存在,封闭牙本质小管,但表面较酸蚀组粗糙,存在散在小凹坑,无塌陷的胶原纤维网,表面微裂少见;而酸蚀组虽然牙本质小管开放,无玷污层,有利于粘结,但是牙本质表面平坦洁净,散在较多塌陷的胶原纤维网,微裂也相对较多,不利于树脂粘结剂的渗入,不利于机械嵌合的形成,故影响自粘结树脂粘结强度的提高;Er:YAG 激光+酸蚀组首先采用 Er:YAG 激光预处理可使牙本质表面较对照组和酸蚀组变得粗糙不平,增加有效粘结面积,提高粘结强度;但是接着采用磷酸酸蚀处理虽然去除了表面玷污层,但表面形态较 Er 激光组明显平整光滑,表面散在大量塌陷的胶原纤维网状结构,SEM 下也证实了这一点,自粘结树脂水门汀无法渗入,影响了树脂水门汀的机械结合力,故提高粘结强度的效果不及单一的 Er:YAG 激光组。

近年来,越来越多国内外学者尝试用各种激

光^[6,8-9]预处理牙本质表面,以期待增强粘结材料尤其是自粘结树脂水门汀与牙本质间的粘结强度。牙本质中含有 30%以上的水和羟基磷灰石,众多激光中 Er:YAG 激光波长为 2 940 nm,与水(3 000 nm)和羟基磷灰石的 OH⁻(2 800 nm)对红外线的吸收峰值接近,操作范围精确可靠,而且对牙髓热损伤可能性小^[10],使其在对牙本质处理方面越来越受到关注。但是,不同学者关于 Er:YAG 激光对牙本质表面处理效果及粘结强度的研究结果各不相同,可能与激光参数的设置,粘结剂的选择,牙本质的性质等因素有关^[3,11-12]。本课题组前期研究表明 Er:YAG 激光在能量 100~200 mJ 频率为 10 Hz 时对牙本质的表面处理效果较佳^[13]。本实验参照前期研究结果选择能量 150 mJ,频率 10 Hz,水汽比例为 6:4,MSP 模式下预处理牙本质,结果显示剪切粘结强度和对照组相比显著提高,Yazici 等^[14]也得出相似研究结果。粘结强度与牙本质表面形态有密切关系,适当的表面粗糙可以形成良好的机械力,有利于粘结。本实验 SEM 下发现 Er:YAG 激光预处理后的牙本质表面与其余各组有明显不同,Er:YAG 激光预处理时因为水分和羟基磷灰石的微爆破作用变得粗糙凹凸不平,呈现鳞片状外观,微裂明显减少,牙本质小管开放,可以提供更有效的粘结面积,增强牙本质与自粘结树脂水门汀的粘结,剪切粘结强度测试结果证实了这一点。亦有学者的研究表明 Er:YAG 激光预处理不仅能改变牙体硬组织的表面形态,也能提高组织中钙和磷的浓度和钙磷比例,增强化学结合力,提高粘结强度^[15]。

本实验结果显示:不同表面处理方法对牙本质表面形态和粘结强度影响不同,采用自粘结树脂水门汀粘结牙本质和氧化锆陶瓷时,Er:YAG 激光预处理可较好地粗化牙本质表面,大大提高粘结强度,而磷酸酸蚀对粘结强度的改变影响不大。临床采用自粘结树脂水门汀时,可配合使用 Er:YAG 激光对牙本质表面进行预处理,提高粘结强度。

[参考文献]

- [1] 陈利民,王夏衡,王蔚,等.氧化物陶瓷与3种树脂水门汀初期粘结强度比较[J].实用口腔医学杂志,2010,26(2):153-156
- [2] Luhrs AK,Guhr S,Gunay H,et al. Shear bond strength of self-adhesive resins compared to resin cements with etch and rinse adhesives to enamel and dentin *in vitro* [J]. Clin Oral Invest,2010,14(2):193-199

- [3] De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, et al. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin [J]. *Dent Mater*, 2004, 20(10): 963-971
- [4] 王林虎, 陈吉华, 赵三军, 等. 酸蚀处理对新型自粘结树脂水门汀粘结强度的影响[J]. *临床口腔医学杂志*, 2007, 23(10): 608-609
- [5] 何峰, 谢海峰, 朱晔, 等. 2种树脂黏固剂产品与人牙本质粘结性能的研究[J]. *国际口腔医学杂志*, 2010, 37(1): 26-28
- [6] 刘琨, 张惠民, 申丽丽, 等. Nd:YAG激光对3种树脂水门汀与牙本质粘结强度的影响[J]. *华西口腔医学杂志*, 2012, 30(5): 509-513
- [7] Turkmen C, Durkan M, Cimili H, et al. Tensile bond strength of indirect composites luted with three new self-adhesive resin cements to dentin[J]. *J Appl Oral Sci*, 2011, 19(4): 363-369
- [8] Parnian Alizadeh Oskoe, Narmin Mohammadi, et al. Effect of surface treatment with Er;Cr:YSSG, Nd:YAG, and CO₂ laser on repair shear bond strength of a silorane-based composite resin [J]. *Dent Res Dent Prospect*, 2013, 7(2): 61-66
- [9] 王蕾, 吕海鹏, 韩冰, 等. 不同激光预处理对全瓷和牙本质粘结强度影响的体外研究[J]. *牙体牙髓牙周病学杂志*, 2013, 23(3): 195-202
- [10] Hubbezoglu I, Unal M, Zan R, et al. Temperature rises during application of Er;YAG laser under different primary dentin thicknesses[J]. *Photomed Laser Surg*, 2013, 31(5): 201-205
- [11] Andreia Cristina, Bastos Ramos, Marcella Es teves-Oliveira, et al. Adhesives bonded to erbium;yttrium-aluminum-garnet laser-irradiated dentin; transmission electron microscopy, scanning electron microscopy and tensile bond strength analyses [J]. *Lasers Med Sci*, 2010, 25(2): 181-189
- [12] Abdolrahim Davari, Mostafa Sadeghi, Hamid Bakhshi. Shear bond strength of an etch-and-resin adhesive to Er;YAG laser-and/or phosphoric acid-treated dentin [J]. *Dent Res Dent Clin Dent Prospect*, 2013, 7(2): 67-73
- [13] 张晓燕, 吴凤鸣. Er:YAG不同能量预处理对自粘结树脂水门汀剪切粘结强度的影响[J]. *口腔医学*, 2014, 34(12): 931-935
- [14] A Rüya Yazici, Ishita Agarwal, Marc Campillo-Funollet, et al. Effect of laser preparation on bond strength of a self-adhesive flowable resin [J]. *Lasers Med Sci*, 2013, 28(1): 343-347
- [15] Rodriguez-Vilchis LE, Contreras-Bulnes R, Olea-Mejia OF, et al. Morphological and structural changes on human dental enamel after Er;YAG laser irradiation: AFM, SEM, and EDS evaluation [J]. *Photomed Laser Surg*, 2011, 27(7): 493-500

[收稿日期] 2014-12-29