

# 不同粘接剂对冠修复体循环加载后边缘微渗漏的影响

郭玲<sup>1</sup>, 张晶婷<sup>2</sup>, 陈晨峰<sup>3</sup>, 朱智敏<sup>3</sup>

(1. 泸州医学院附属口腔医院修复科 四川 泸州 646000;

2. 重庆医科大学附属口腔医院修复科 重庆 400015;

3. 四川大学华西口腔医院修复科 四川 成都 610041)

**[摘要]** 目的 通过对 4 种粘接材料粘接后的全冠修复体进行循环加载和温度循环实验, 模拟口腔环境对材料粘接效果的影响, 测试其冠边缘微渗漏的程度, 评价循环加载和温度循环后不同粘接材料对全冠边缘微渗漏的影响。方法 选取 20 颗正畸拔除的新鲜前磨牙, 随机分成 4 组, 使用平行研磨仪进行标准烤瓷牙体预备, 制作金属底层冠, 分别用 4 种粘接系统粘接全冠。所有样本经过 30 万次循环加载, 5 000 次 5 °C 和 55 °C 的温度循环实验。染色后体视显微镜下观察金属冠边缘微渗漏的情况, 记录观测结果。结果 对实验结果进行多个独立样本比较的统计分析, 循环加载、温度循环实验后 4 组样本各组间比较显示, 复合树脂粘接剂组的微渗漏小于其他各组, 而其他各组间比较差异无统计学意义。结论 各组粘接系统的粘接界面均可见微渗漏。循环加载和温度循环后, 聚羧酸锌黏固剂、玻璃离子黏固剂、磷酸锌黏固剂粘接的全冠微渗漏程度较高, 复合树脂粘接剂的微渗漏程度最低。这就提示, 模拟全冠在临床使用一段时间后, 复合树脂粘接剂受口腔环境因素的影响最小, 冠边缘微渗漏程度最小。

**[关键词]** 微渗漏; 循环加载实验; 温度循环实验

**[中图分类号]** R 783.1 **[文献标志码]** A **[doi]** 10.3969/j.issn.1673-5749.2010.06.009

**Influence of various luting agents and cyclic loading on microleakage of cast crowns** GUO Ling<sup>1</sup>, ZHANG Jing-ting<sup>2</sup>, CHEN Chen-feng<sup>3</sup>, ZHU Zhi-min<sup>3</sup>. (1. Dept. of Prosthodontics, Affiliated Hospital of Stomatology, Luzhou Medical College, Luzhou 646000, China; 2. Dept. of Prosthodontics, Affiliated Hospital of Stomatology, Chongqing Medical University, Chongqing 400015, China; 3. Dept. of Prosthodontics, West China College of Stomatology, Sichuan University, Chengdu 610041, China)

**[Abstract]** **Objective** The purpose of this *in vitro* study was to research the influence of cyclic loading and luting agents on microleakage of cast crowns and to determine the ability of four luting agents to resist microleakage. **Methods** 20 recently extracted premolars were divided equally into four groups of four luting agents. All teeth were prepared with the preparation criteria. After full cast crowns were fabricated, they were cemented. Specimens of the four group were subjected to 300 000 cyclic loadings in a chewing simulator and 5 000 thermal cycles (5 °C and 55 °C). Subsequently, all specimens were placed in a dyeing solution and then vertically cut in mesiodistal direction. The objects were evaluated for microleakage using a microscope camera. Finally, the level of microleakage of each group was scored and analyzed. **Results** This study found that after cyclic loading and thermal cycles, there are significant differences between four groups, and resin cement has the lowest level of microleakage. Cyclic loadings and thermal cycles increased significantly microleakage of crowns with four different luting agents. **Conclusion** After cyclic loadings and thermal cycles, cast crowns cemented with resin cement have demonstrated the best performance to resist microleakage, which implies that for metal crown and metal inlay, resin cement should have priority to be chosen by dental practitioners.

**[Key words]** microleakage; cyclic loading test; thermal cycle test

在口腔修复临床中, 固定修复体需要粘接剂粘接固位, 粘接剂的性能是影响固定修复预后的

一个重要因素。粘接剂与牙体组织结合界面的密合性降低, 可引起微渗漏的产生和增加。微渗漏可引起继发龋、牙髓坏死和颈缘色素沉着等, 是影响固定修复体远期疗效和临床使用寿命的主要因素之一。

**[收稿日期]** 2010-01-20; **[修回日期]** 2010-08-12

**[作者简介]** 郭玲(1977—), 女, 重庆人, 讲师, 硕士

**[通讯作者]** 朱智敏, Tel: 028-85502141

本研究通过对 4 种粘接剂粘接的全冠修复体进行循环加载和温度循环实验,模拟口腔环境对粘接材料的影响,采用染料渗入法对 4 种粘接材料与牙体组织间的边缘微渗漏情况进行研究观察,为临床粘接材料的选择和应用提供指导和参考,以期减少临床应用中常见的边缘微渗漏引起的继发龋、牙髓坏死和颈缘色素沉着等等问题的发生。

## 1 材料和方法

### 1.1 体外牙的选择和分组

选取正畸拔除的新鲜、无缺损、无隐裂和无龋的前磨牙 20 颗(患者知情同意)。拔除的前磨牙均浸泡在质量分数为 0.05% 的麝香草酚溶液中,置 4℃ 冰箱中保存,并在整个实验过程中注意保持牙齿的湿润,防止其脱水干燥。

由于所收集的牙齿形态大小有一定的差异,因此,为了减少实验的误差,首先用游标卡尺测量每颗牙齿的冠长(颊侧釉质牙骨质界最低点至颊尖的距离)、颊舌径(釉质牙骨质界处最大颊舌径)和近远中径(釉质牙骨质界处近远中径),然后采用配伍的方法,将每 4 颗形态大小相似的牙齿组成 1 个配伍组,共 5 个配伍组,再随机从中各选 1 颗分入实验组,共 4 个实验组。采用随机区组设计的方差分析进行统计学处理后发现,各个实验组样本在颊舌径、近远中径等方面差异无统计学意义( $P>0.05$ ),保证了各个实验组之间具有可比性。

### 1.2 不同粘接材料的选择和分组

RelyX Unicem 复合树脂粘接剂(3M 公司,德国)、LIVCARBO 聚羧酸锌黏固剂(GC 公司,日本)、Ketac Cem 玻璃离子黏固剂(3M 公司,德国)和磷酸锌黏固剂(上海齿科材料有限公司)。以上材料均为临床上常用的材料,分别代表不同类型的粘接剂被用于实验,根据粘接材料的不同分为 4 组,每组 5 个样本。

### 1.3 实验方法

将实验牙包埋在圆柱形不锈钢模具中,使用平行研磨仪进行标准烤瓷冠牙体预备,冠边缘完成线位于釉质牙骨质界根方 0.5 mm 处。将最终形成的骀面磨除 2 mm,轴壁聚合度为 4°,1.0 mm 宽、90°肩台的牙预备体。然后制作冠的蜡型,其轴壁和骀面厚度均为 0.3 mm,使用高熔钴铬合金进行常规铸造和喷砂。

聚羧酸锌黏固剂、玻璃离子黏固剂和磷酸锌黏固剂严格按照制造厂家说明手工调拌,复合树脂粘接剂采用专门的调拌器械调拌。所有冠指压就位后均在专用固定器上以 50 N 的力固定 7 min。

将 20 个试件在自控电动循环加载机上进行 30 万次的循环加载,垂直加压于试件骀面,加载频率为 2.0 Hz,加载力值为 100 N。采用自制电控冷热循环机将已经经过循环加载的试件进行 5 000 次 5℃ 和 55℃ 的冷热循环。实验条件为试件放在 5℃ 水槽中 20 s,转移 10 s,再放在 55℃ 水槽中 20 s,转移 10 s,1 个循环周期为 60 s。用黏蜡将根尖孔封闭,从釉质牙骨质界下 1 mm 处均匀涂布 2 层指甲油,以防止染料通过牙冠颈缘以外的部位渗入牙体组织。将样本浸入质量分数为 1% 的甲紫溶液中,置于室温中 24 h。软毛刷清洗样本,橡皮杯蘸浮石粉抛光去除表面附着的甲紫染料。于金属底层冠边缘根向 2 mm 处将牙根切除,标出冠边缘近远中面中点,沿牙长轴纵形剖开。

### 1.4 主要观察指标

观察金属冠边缘微渗漏的情况,并以等级资料记录观测结果。

等级标准如下。0:无微渗漏;1:微渗漏局限于肩台外 1/3 处;2:微渗漏局限于肩台外 2/3 处;3:微渗漏达肩台内 1/3 处但不超出肩台;4:微渗漏达轴壁颈 1/3 处;5:微渗漏达轴壁中 1/3 处;6:微渗漏达整个轴壁长度;7:微渗漏扩展至骀面。

### 1.5 统计学分析

用 SPSS 13.0 统计软件包对实验结果进行多个独立样本间比较的 Kruskal-Wallis H 检验,对 4 组进一步进行两两比较,采用 Mann-Whitney U 检验。

## 2 结果

将每组 20 颗牙按照近远中剖开,观察每颗牙的近中颊、舌向和远中颊、舌向 4 个观察点,每组共 20 个观察点。经循环加载和温度循环后,4 种粘接剂粘接的全冠边缘微渗漏情况见表 1。

对实验结果进行多个独立样本比较的 Kruskal-Wallis H 检验, $\chi^2=58.005$ , $v=3$ , $P<0.05$ ,至少有 2 组之间差异具有统计学意义,具体统计结果见表 2。

进一步对各组进行两两比较,采用 Mann-Whitney U 检验,统计结果见表 3。

表 1 各组微渗漏的结果

Tab 1 Results of microleakage in each group

组别	染色分级								合计
	0	1	2	3	4	5	6	7	
复合树脂粘接剂	0	0	2	11	6	1	0	0	20
聚羧酸锌黏固剂	0	0	0	1	11	8	0	0	20
玻璃离子黏固剂	0	0	0	2	14	4	0	0	20
磷酸锌黏固剂	0	1	0	0	11	8	0	0	20
合计	0	1	2	14	42	21	0	0	80

表 2 4 组比较的统计学结果

Tab 2 Results of comparing the four groups

实验组	观察点/个	秩和
复合树脂粘接剂	20	421.50
聚羧酸锌黏固剂	20	994.00
玻璃离子黏固剂	20	840.00
磷酸锌黏固剂	20	984.50

表 3 各组间两两比较的结果

Tab 3 Results of pairwise comparison

组间比较	观察点	$\chi^2$	P 值
复合树脂-聚羧酸锌	20	14.239	<0.05
复合树脂-玻璃离子	20	10.016	<0.05
复合树脂-磷酸锌	20	12.749	<0.05
聚羧酸锌-玻璃离子	20	1.417	>0.05
聚羧酸锌-磷酸锌	20	0.000	>0.05
玻璃离子-磷酸锌	20	1.353	>0.05

### 3 讨论

发生在牙体-修复体界面的微渗漏与粘接剂的封闭性能密切相关。Piwowarczyk 等<sup>[1]</sup>认为：不同粘接剂防止微渗漏的能力有很大的差异。由于口腔粘接材料起到抵抗微渗漏、封闭基牙和修复体之间的间隙，并且通过机械或化学的方式结合将基牙和修复体粘接在一起的作用，所以，应用具有良好性能的粘接材料对于固定义齿防止继发龋、发挥咀嚼功能和延长使用寿命尤为重要。

在贮存介质不同是否对牙体粘接强度产生影响的问题上，学者们各持己见，在已发表的文献报道中亦众说纷纭。一些学者认为：除了甲醛会增加粘接强度外，牙本质粘接强度不受贮存介质不同的影响。麝香草酚在临床上被用于牙本质消毒和根管消毒。Titley 等<sup>[2]</sup>报道，质量分数为 0.02% 的麝香草酚储存的体外牙，其粘接力随时间的延长无明显变化。Malek 等<sup>[3]</sup>指出：界面预备之后到粘接进行之前的贮存溶液对材料粘接强度的影响

很大。因此，本实验在牙体预备前采用麝香草酚保存样本，牙体预备后则采用生理盐水保存样本，以减少酚类对树脂聚合的影响。

粘接剂在口腔内会受到各种因素的影响，主要为物理和化学两大类因素。口腔内常见的物理因素主要是咬合力和温度变化引起反复膨胀和收缩的应力。如果粘接剂有良好的粘接性能和其他的理化性能，再加上临床医生对口腔粘接基本知识有足够的理解，能正确选择粘接剂和确定恰当的粘接修复方法，则可大大减小这些不利因素的影响，获得满意的粘接修复效果。人的牙齿在行使咀嚼功能时承受的是低强度、高频率的负荷。粘接修复体在口内不可避免地会受到殆力，虽然每次加载的殆力不足以使修复材料脱落，但长期受到这种大而复杂的应力作用，粘接剂很容易发生蠕变和疲劳，在表面和内部逐渐产生裂纹，造力力学强度下降<sup>[4]</sup>。Stappert 等<sup>[5]</sup>的研究认为：人 1 d 平均进行 3 次 15 min 的咀嚼，按 1 Hz 的频率则每天进行 2 700 次咀嚼，1 年则接近 100 万次。当然不是每次咀嚼都有意义，故他们认为疲劳实验循环次数至少应达 30 万次对临床才有意义，而且此时加载的负荷应在(121.1±69.6) N 范围内。正常人的咬合力平均为 98.0~225.4 N，所以本实验选择疲劳加载力为 100 N，共加载 30 万次模拟口内 1 年的咀嚼次数，加载频率为 2.0 Hz。

本实验还对试件进行了温度循环，模拟口腔内温度变化引起的应力改变对微渗漏的影响。口腔内会随着进食的不同而出现温度的较大变动，这种温度变化无疑会影响到粘接修复体的长期稳定性。Gale 等<sup>[6]</sup>指出：在体外冷热循环 1 万次，大概相当于在体内行使功能 1 年，500 次是模拟长期粘接效果的最低限度。Blatz 等<sup>[7]</sup>认为：由于牙体组织和修复材料的热膨胀系数不同，当温度急剧变化时，在牙体组织和修复材料界面会产生应力，导致裂隙和微渗漏的产生。温度变化还影响

粘接剂本身，树脂粘接剂的基质和填料的热膨胀系数不同，温度的变化可以影响基质与填料的结合，加速树脂的老化<sup>[8]</sup>。对于温度循环采用的模式（包括循环的次数、停留的时间和工作中温度的极值）也各不相同。停留的时间从数秒到数分钟不等，大部分观察者用 10、15、30 和 60 s 的停留时间<sup>[9-10]</sup>，本研究采用的是 20 s 的停留时间和 10 s 的转移时间。常用的温度为 5 ℃和 55 ℃<sup>[11]</sup>，本研究也采用了这种极值。

目前，口腔修复体微渗漏的研究方法主要有：电阻测定法、染料渗入法、细菌和内毒素渗透法、葡萄糖定量分析法、放射性核素渗透法以及流体输送模型测定法。染色法是目前应用最广泛的评估微渗漏的方法<sup>[12]</sup>，其基本原理是通过染料侵入使牙体和修复体着色来显示微渗漏，而不需要进一步的化学反应或者放射线的处理，敏感性高。本实验选取此方法，以检测 4 种粘接材料的微渗漏情况，采用分子质量低，穿透力较强的甲紫溶液作为染色剂。鉴于牙预备体形成 1 mm 宽、90°肩台的特点，边缘微渗漏在牙-粘接剂界面顺肩台向牙髓方向伸展，由于该区域存在大量被切断的管腔较粗的牙本质小管，细菌及其产物易于穿过牙本质小管进入牙髓腔，从而导致牙髓病变。因此，本研究中采用 8 级（0~7）分类方法，而不是常用的 5 级（0~4）法<sup>[13]</sup>来表示边缘微渗漏的程度。

循环加载和温度循环后，各组均出现了微渗漏。对于复合树脂粘接剂其原因可能在于树脂粘接剂的基质和填料的热膨胀系数不同，温度变化可以影响基质与填料的结合，加速树脂的老化。同时，复合树脂粘接材料水解变性也可引起修复体与组织界面之间微渗漏的增加。金属全冠的热膨胀系数高于牙体组织，这种热膨胀系数的一致，在温度变化时，会在粘接界面产生削弱粘接的内应力，造成修复体与组织界面之间微渗漏的增加。反复的应力破坏了粘接界面的完整性，虽然每次加载的应力不会直接导致修复体脱落，但反复地加载，粘接剂很容易发生蠕变和疲劳，在表面和内部逐渐产生裂纹，造成力学强度下降<sup>[7]</sup>，进而导致内应力和边缘微漏加大。聚羧酸锌黏固剂和玻璃离子黏固剂对反复的应力抵抗能力较低，反复加载会使粘接剂很容易发生蠕变和疲劳，在表面和内部逐渐产生裂纹，造成力学强度下降，进而导致内应力和边缘微渗漏加大。聚羧

酸锌黏固剂的溶解度较磷酸锌黏固剂大，固化后体积较稳定，但有蠕变性，压缩强度低<sup>[14]</sup>。玻璃离子黏固剂与牙本质有螯合作用，应该有较好的封闭作用，但是玻璃离子黏固剂大多数是水溶性的，容易被水解丧失，因此经过循环加载和温度循环后微渗漏增加。磷酸锌黏固剂在粘接过程中几乎无化学键形成，是一种公认的以机械嵌合固位为主的粘接材料。固化前渗入牙体与修复体组织面的细微结构中，产生机械嵌合力。固化初期磷酸锌黏固剂体积收缩明显。长期的临床实践发现：磷酸锌黏固剂有易溶解、易碎的缺点，这种溶解性将使它的自身强度下降、体积发生改变、粘接力也随时间延长而逐渐减弱<sup>[14]</sup>。复合树脂粘接剂较其他 3 种粘接剂表现出较好的抗微渗漏性能，其原因可能在于它是一种双固化、自酸蚀和通用型的树脂类粘接剂，具有较好的边缘封闭性。复合树脂粘接系统属于有机类粘接剂，具有溶解度小、强度大和粘接性能好等特性，它同金属之间不仅能够产生机械固位力，而且树脂中含有的单体还可以与金属表面氧化膜中的氧原子进行配位结合，并形成氢键而产生一定的化学结合。复合树脂粘接剂其粘接机制为：一方面，自身所含的酸性单体可以去除牙本质矿物质，粘接剂渗入牙本质基底，形成微机械固位；另一方面，所含的功能基团可以和牙本质中的羟磷灰石形成化学连接<sup>[15]</sup>。

从本研究的结果可以看出，所用 4 种粘接系统的粘接界面都不能避免微渗漏的产生。循环加载和温度循环后，聚羧酸锌黏固剂、玻璃离子黏固剂和磷酸锌黏固剂粘接的全冠微渗漏程度较高。这就提示，3 种粘接材料远期抗微渗漏性能不够理想。循环加载和温度循环后，树脂粘接剂微渗漏程度最低。这就提示，模拟全冠在临床使用一段时间后，树脂粘接剂受口腔环境因素的影响最小，冠边缘微渗漏程度最小。因此，临床上金属冠、金属烤瓷冠和金属嵌体粘接时，可以优先选择树脂粘接剂以减少微渗漏的发生。

本实验只进行了分级记数，没有记录量化的实验结果，虽然各组中很多记分相同，但并不是完全一样的微渗漏长度。由于微渗漏是一个多因素共同作用的复杂过程，因为受力和温度的改变，口腔内发生的微渗漏较体外研究时明显，而目前还没有一种方法能完全消除微渗漏的危害；因此，未来材料学的发展有可能是最终解决微渗漏问题

的可行方向。

#### 4 参考文献

- [1] Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. Microleakage of various cementing agents for full cast crowns[J]. Dent Mater, 2005, 21(5) :445-453.
- [2] Titley KC, Chernecky R, Rossouw PE, et al. The effect of various storage methods and media on shear-bond strengths of dental composite resin to bovine dentine[J]. Arch Oral Biol, 1998, 43(4) :305-311.
- [3] Malek S, Darendeliler MA, Rex T, et al. Physical properties of root cementum :Part 2. Effect of different storage methods[J]. Am J Orthod Dentofacial Orthop, 2003, 124(5) :561-570.
- [4] Heintze SD. Crown pull-off test(crown retention test) to evaluate the bonding effectiveness of luting agents[J]. Dent Mater, 2010, 26(3) :193-206.
- [5] Stappert CF, Chitmongkolsuk S, Silva NR, et al. Effect of mouth-motion fatigue and thermal cycling on the marginal accuracy of partial coverage restorations made of various dental materials[J]. Dent Mater, 2008, 24(9) :1248-1257.
- [6] Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations[J]. J Dent, 1999, 27(2) :89-99.
- [7] Blatz MB, Sadan A, Martin J, et al. *In vitro* evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling[J]. J Prosthet Dent, 2004, 91(4) :356-362.
- [8] De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue : Methods and results[J]. J Dent Res, 2005, 84(2) :118-132.
- [9] Ritter AV, Ghaname E, Pimenta LA. Dentin and enamel bond strengths of dual-cure composite luting agents used with dual-cure dental adhesives[J]. J Dent, 2009, 37(1) :59-64.
- [10] Al-Assaf K, Chakmakchi M, Palaghias G, et al. Interfacial characteristics of adhesive luting resins and composites with dentine[J]. Dent Mater, 2007, 23(7) :829-839.
- [11] Matinlinna JP, Lassila LV, Vallittu PK. The effect of five silane coupling agents on the bond strength of a luting cement to a silica-coated titanium[J]. Dent Mater, 2007, 23(9) :1173-1180.
- [12] Romînu M, Lakatos S, Florița Z, et al. Investigation of microleakage at the interface between a Co-Cr based alloy and four polymeric veneering materials[J]. J Prosthet Dent, 2002, 87(6) :620-624.
- [13] Uludag B, Ozturk O, Ozturk AN. Microleakage of ceramic inlays luted with different resin cements and dentin adhesives[J]. J Prosthet Dent, 2009, 102(4) :235-241.
- [14] Milutinović-Nikolić AD, Medić VB, Vuković ZM. Porosity of different dental luting cements[J]. Dent Mater, 2007, 23(6) :674-678.
- [15] 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.

(本文编辑 王 晴)

(上接第650页)

- [3] Guajardo G, Okamoto Y, Gogen H, S et al. Immunohistochemical localization of epidermal growth factor in cat paradental tissues during tooth movement[J]. Am J Orthod Dentofacial Orthop, 2000, 118(2) :210-219.
- [4] Parkar MH, Kuru L, Giouzezi M, et al. Expression of growth-factor receptors in normal and regenerating human periodontal cells[J]. Arch Oral Biol, 2001, 46(3) :275-284.
- [5] Uematsu S, Mogi M, Deguchi T. Interleukin(IL)-1 beta, IL-6, tumor necrosis factor-alpha, epidermal growth factor, and beta 2-microglobulin levels are elevated in gingival crevicular fluid during human orthodontic tooth movement[J]. J Dent Res, 1996, 75(1) :562-567.
- [6] 高清平, 郭 峰, 谭 亮, 等. 原位杂交法检测正畸力作用下大鼠牙周组织表皮生长因子-mRNA的表达[J]. 中国现代医学杂志, 2007, 17(24) :3001-3003.
- [7] Wescott DC, Pinkerton MN, Gaffey BJ, et al. Osteogenic gene expression by human periodontal ligament cells under cyclic tension[J]. J Dent Res, 2007, 86(12) :1212-1216.
- [8] Epstein JB, Gorsky M, Guglietta A, et al. The correlation between epidermal growth factor levels in saliva and the severity of oral mucositis during oropharyngeal radiation therapy[J]. Cancer, 2000, 89(11) :2258-2265.
- [9] Oxford GE, Jonsson R, Olofsson J, et al. Elevated levels of human salivary epidermal growth factor after oral and juxtaoral surgery[J]. J Oral Maxillofac Surg, 1999, 57(2) :154-158.
- [10] 顾 杨, 张 纲, 林 梅. 复发性阿弗他溃疡患者唾液中表皮生长因子和病损区表皮生长因子受体的定量研究[J]. 华西口腔医学杂志, 2008, 26(1) :36-39.

(本文编辑 汤亚玲)