

# 不同表面处理方法对纤维桩与聚氨酯黏结剂黏结强度的影响\*

陈晓兵<sup>1</sup>, 陈湘涛<sup>1</sup>, 陈琳<sup>2</sup>

## Effect of different surface treatments on fiber post and bonding strength of polyurethane binder

Chen Xiao-bing<sup>1</sup>, Chen Xiang-tao<sup>1</sup>, Chen Lin<sup>2</sup>

### Abstract

**BACKGROUND:** Fiber post has a favorable aesthetics feature, the elasticity modulus of it is similar to dentin, which has a good dispersion stress; with its clinical application increase, losing bonding phenomenon of fiber post and root canal is gradually increase. Thus it is meaningful to improve the bonding of fiber post. Polyurethane binder is binding materials developed in recent years. Recent researches showed that polyurethane binder has great bonding strength to many materials, but there is little research in prosthodontics field.

**OBJECTIVE:** To compare bonding strength of the fiber post after 4 different surface treatments by using of polyurethane binder.

**METHODS:** Totally 25 single root canal of upper jaw to exsomatize the intercepting dental crown, then preparing root canal, root-canalfilling as well as post space preparation, which were randomly divided into 5 groups: sand blast treatment group, hydrogen peroxide treatment group, silicon alkylation treatment group, hydrofluoric (HF) acid treatment and control group. Before cementation of fiber post surface, it underwent sand blast treatment, hydrogen peroxide treatment, silicon alkylation treatment and HF treatment, and no treatment was given in the control group. The treated fiber post was cemented with polyurethane binder to make test specimen in the root canal. The tooth was cut into 2 mm piece to perform push-out experiment. The bonding strength was detected by universal testing machine, and glass fiber post was observed by scanning electron microscope (SEM) before and after surface treatment.

**RESULTS AND CONCLUSION:** Each group has difference in bonding strength, hydrogen peroxide treatment group > silicon alkylation treatment group > sand blast treatment group > HF acid treatment treatment > control group. There was no significant difference in bonding strength between silicon alkylation treatment group and sand blast treatment group ( $P > 0.05$ ). There was significant difference in other groups ( $P < 0.05$ ). SEM observation showed that the surface of the fiber post had varying degrees of resin matrix dissolution after surface treatment, some fiber post came out. Fiber post can improve the strength of materials combined with polyurethane binder after 4 different surface treatments; the bonding strength of it is the greatest after hydrogen peroxide treatment.

Chen XB, Chen XT, Chen L. Effect of different surface treatments on fiber post and bonding strength of polyurethane binder. Zhongguo Zuzhi Gongcheng Yanjiu yu Linchuang Kangfu. 2011;15(29): 5393-5396. [http://www.crter.cn http://en.zglckf.com]

### 摘要

**背景:** 纤维桩具有良好的美学性能, 其弹性模量与牙本质类似, 能很好地分散应力; 随着其在临床应用的日益增多, 纤维桩与根管的脱黏结现象逐渐增加, 为此提高纤维桩的黏结是非常有意义的。聚氨酯黏结剂是近年来发展起来的黏结材料, 有研究显示其对多种材料均有很强的黏结力, 但在口腔修复领域应用情况研究甚少。

**目的:** 应用聚氨酯黏结剂比较纤维桩经 4 种不同表面处理的黏结强度。

**方法:** 选取 25 个上颌单根管离体牙截冠后经根管预备、根管充填和桩道预备, 随机分为 5 组, 纤维桩表面在粘固前分别经喷砂处理、过氧化氢处理、硅烷偶联剂处理、HF 酸处理, 对照组不做处理。处理后的纤维桩用聚氨酯黏结剂粘固于根管内制作试件, 将牙切成 2 mm 厚薄片进行微推出实验, 用万能试验机测试黏结强度, 对表面处理前后的玻璃纤维桩进行扫描电镜观察。

**结果与结论:** 各组之间黏结强度为过氧化氢组>硅烷化组>喷砂组>HF 酸处理组>对照组, 硅烷化组和喷砂组间黏结强度差异无显著性意义( $P > 0.05$ ), 其余各组间相比, 差异有显著性意义( $P < 0.05$ )。扫描电镜观察显示经表面处理后的玻璃纤维桩表面有不同程度的树脂基质溶解, 有些存在玻璃纤维露出。结果证实经 4 种表面处理的纤维桩均能提高与聚氨酯黏结材料的黏结强度, 过氧化氢处理后黏结强度最强。

**关键词:** 纤维桩; 表面处理; 聚氨酯; 黏结; 微推出测试

doi:10.3969/j.issn.1673-8225.2011.29.018

陈晓兵, 陈湘涛, 陈琳. 不同表面处理方法对纤维桩与聚氨酯黏结剂黏结强度的影响[J]. 中国组织工程研究与临床康复, 2011, 15(29):5393-5396. [http://www.crter.org http://cn.zglckf.com]

## 0 引言

现代口腔修复技术的发展, 使得许多无髓牙或牙体组织大面积缺损的牙都能获得修复, 纤维桩技术就是其中之一。应用纤维桩可提高牙体组织的抗力, 耐腐蚀, 产生固位, 有良好

的美学效应及生物相容性, 易于取出等优点<sup>[1-3]</sup>。纤维桩修复失败的主要因素是黏结失败, 为此增强其黏结强度成为关键<sup>[4-5]</sup>。纤维桩黏结强度的影响因素主要有纤维桩的设计、长度、形态和表面处理以及黏结剂的种类等<sup>[6-10]</sup>。有研究人员指出, 纤维桩的表面处理可加强桩的黏结强度, 因此许多表面处理方法被用来提

<sup>1</sup>Affiliated Stomatological Hospital of Jiamusi University, Jiamusi 154002, Heilongjiang Province, China; <sup>2</sup>Jinjue Dental Institute of Jiamusi, Jiamusi 154002, Heilongjiang Province, China

Chen Xiao-bing★, Master, Affiliated Stomatological Hospital of Jiamusi University, Jiamusi 154002, Heilongjiang Province, China chenxiangtao0298@163.com

Correspondence to: Chen Xiang-tao, Affiliated Stomatological Hospital of Jiamusi University, Jiamusi 154002, Heilongjiang Province, China

Received: 2011-01-26 Accepted: 2011-03-16

<sup>1</sup>佳木斯大学附属口腔医院, 黑龙江省佳木斯市 154002; <sup>2</sup>佳木斯市金爵齿科研究所, 黑龙江省佳木斯市 154002

陈晓兵★, 男, 1982 年生, 黑龙江省双鸭山市人, 汉族, 2011 年佳木斯大学毕业, 硕士, 主要从事口腔修复材料与力学的研究。 chenxiangtao0298@163.com

通讯作者: 陈湘涛, 佳木斯大学附属口腔医院, 黑龙江省佳木斯市 154002

中图分类号: R318  
文献标识码: B  
文章编号: 1673-8225 (2011)29-05393-04

收稿日期: 2011-01-26  
修回日期: 2011-03-16  
(201101126019/WL-L)

高黏结力, 其一是增大纤维桩表面粗糙度和固位面积来提高固位, 如喷砂和蚀刻; 其二是促进化学黏结, 如硅烷偶联剂等; 实验通过不同表面处理方法检测纤维桩与聚氨酯黏结剂的黏结强度, 为临床选用表面处理方法提供理论参考。

## 1 材料和方法

**设计:** 体外对比观察实验。

**时间及地点:** 实验于2010-07/10在佳木斯大学机械实验室与材料实验室完成。

**材料:** 佳木斯大学附属口腔医院颌面外科门诊提供因正畸需要而拔除的健康前牙25颗。受试者对实验知情同意。

**主要试剂及仪器:**

试剂及仪器	来源
MATCHPOST 玻璃纤维桩	RTD, St Egrève, 直径 1.2 mm, 法国
医用聚氨酯黏结剂	上海拾得日橡塑制品有限公司
4%氢氟酸	Bisco, Inc. Schaumburg, IL, USA
25%过氧化氢溶液	天津市科密欧化学试剂有限公司
JG5833 喷砂机	天津精工医疗设备有限公司
硅烷偶联剂 XH-560	南京新淮科技有限公司
慢速金刚砂切割机	沈阳科晶设备制造有限公司
万能材料试验机	EHF-LM/LV 系列, 日本岛津公司
扫描电子显微镜	JSM 5600 LV, JEOL, 日本
扩孔锉, G 钻	Dentsply, 美国

**实验方法:**

**试件制备:** 选取25颗上颌单根管离体前牙, 牙长度均为(21±1) mm, 浸入次氯酸钠溶液中2 h后放入蒸馏水中至使用。于釉牙骨质界冠方2 mm处垂直于牙长轴截冠, 常规根管预备, 根管充填后用模型蜡封闭根管口和根尖口, 于37 °C的生理盐水中浸泡1周。

**桩道预备:** 器械去除根管冠方牙胶尖, 保留根尖3 mm的牙胶。选用直径1.2 mm的玻璃纤维桩, 预备过程中用次氯酸钠和生理盐水反复冲洗根管, 纸尖吸干。

**纤维桩表面处理:** 纤维桩按照表面处理方法的不同随机分为5组, 每组5根。喷砂处理组: 笔试喷砂机在0.25 MPa压力下以100目Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>砂粒垂直桩表面喷砂, 喷头距桩20 mm, 时间10 s, 喷砂过程中匀速转动试件以保证处理均匀, 处理后纤维桩超声清洗5 s然后干燥; 过氧化氢组: 小毛刷蘸取体积分数25%的过氧化氢蚀纤维桩表面10 min, 干燥后备用; 硅烷化组: 小毛刷蘸取硅烷偶联剂涂于桩表面1 min, 干燥后备用; HF酸处理组: 一次性小毛刷蘸取4%HF酸擦拭桩表面1 min, 干燥后备用; 对照组: 不做处理。

**黏结强度测试:** 用聚氨酯黏结剂将处理后的纤维桩粘

固于根管内, 将牙根用自凝树脂包埋成圆柱状, 导线观测仪确保桩的长轴与圆柱体长轴平行, 慢速金刚砂切割机垂直于牙根方向切成厚度2 mm的薄片, 每个样本切成3片(每组15片, 共75片), 在万能材料试验机上放置试件, 加载头靠近纤维桩并只与纤维桩接触, 以1 mm/min速度加载进行微推出测试; 计算每个试件纤维桩截段的黏结面积, 见图1。

黏结强度=最大载荷/黏结面积

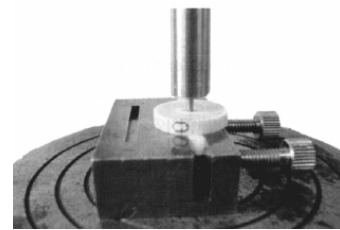


Figure 1 Push-out experiment device  
图 1 推出实验装置

**截面断裂模式:** 测试后的试件用20倍光学显微镜放大观察, 其破坏类型分为以下几类: ①纤维桩与黏结剂之间。②黏结材料覆盖桩表面小于50%。③黏结材料覆盖桩表面50%~100%。④黏结材料与根管之间。

**主要观察指标:** 各组纤维桩的黏结强度及破坏方式。

**统计学分析:** 由第一作者采用SPSS 13.0统计软件中的单因素方差分析对原始数据进行统计处理, 用Newman-Keuls 检验测试数据的方差齐性, 用Games-Howell 检验对数据进行两两比较, 以双侧 $\alpha=0.05$ 作为显著性检验水准。

## 2 结果

2.1 各组纤维桩的黏结强度 见表1。

Group	Stickiness strength
Sand blast treatment	19.62±0.89 <sup>a</sup>
Hydrogen peroxide treatment	24.57±0.87 <sup>a</sup>
Silicon alkylation treatment	19.08±0.81 <sup>a</sup>
Hydrofluoric acid treatment	16.09±0.62 <sup>a</sup>
Control	13.17±0.54

<sup>a</sup>P < 0.05, vs. control group

由表1可见, 处理组均大于对照组, 各组之间差异有显著性意义(P < 0.05); 而喷砂组与硅烷化组之间差

异无显著性意义( $P > 0.05$ )。

2.2 推出测试后各组试件破坏方式 见表2。

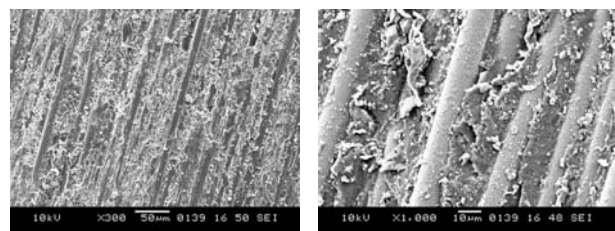
表2 各组试件不同破坏方式数量比较  
Table 2 the number comparison of specimen different failure mode in each group (n)

Group	Type 1	Type 2	Type 3	Type 4
Sand blast treatment	1	4	10	0
Hydrogen peroxide treatment	1	1	12	1
Silicon alkylation treatment	2	6	7	0
Hydrofluoric acid treatment	3	3	9	0
Control	3	5	5	2

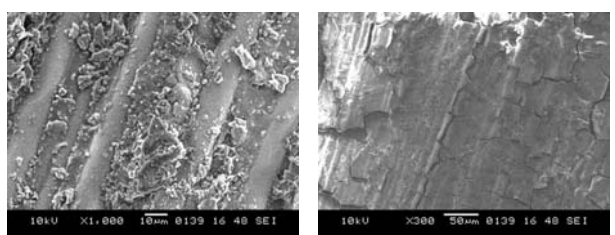
Type 1: Comparison between fiber and binder, Type 2: Bonding materials covered post surface less than 50%, Type 3: Bonding materials covered post surface 50%-100%, Type 4: Comparison between bonding materials and root canal

由表2可见, 实验各组的破坏方式主要是2、3型破坏, 黏结剂覆盖纤维桩表面为主要断裂方式。

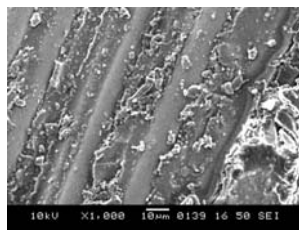
2.3 表面处理前后SEM观察 处理组均见不同程度的树脂基质溶解, 暴露出玻璃纤维, 有些区域在纤维之间形成了较深的空隙; HF酸处理组可见明显玻璃纤维被破坏溶解, 未处理玻璃纤维桩表面几乎被树脂基质包绕, 少有纤维露出, 见图2。



a: Sand blast treatment group b: Hydrogen peroxide treatment group



c: Silicon alkylation treatment group d: Hydrofluoric acid treatment group



e: control group

Figure 2 Scanning electron microscope observation of fiber post in each group before and after surface treatments

图2 各组表面处理前后的玻璃纤维桩扫描电镜观察

### 3 讨论

目前纤维桩修复牙体缺损被临床广泛应用, 其修复后不易根折, 生物相容性好, 修复失败多为黏结失败导致纤维桩的脱出, 根折的情况不常见<sup>[11]</sup>。实验采用微推出测试对不同表面处理的玻璃纤维桩在聚氨酯黏结剂作用下的黏结强度进行研究, 为提高纤维桩的黏结强度提供参考。桩与根管之间黏结强度的测试方法主要有3种: 拔出测试、微拉伸测试和推出测试。1996年文献报道推出测试用于研究根管牙本质的黏结<sup>[12]</sup>。推出测试是牙本质和黏固剂之间以及桩和黏固剂之间的界面剪切应力<sup>[13]</sup>, 这与临床条件下的应力是可比的。因此实验优先选择了推出测试方法。

实验使用的聚氨酯黏结剂是为了医用目的而专门研制和生产。它由本体聚合法化学合成, 不含溶剂, 非挥发性, 可以浇注成型的双组份聚氨酯胶黏剂。其毒性试验符合有关技术标准, 材料本身所具有的高黏结性, 耐潮湿、耐溶剂等特性为其在口腔领域的应用提供了良好的物质基础<sup>[14-15]</sup>。

聚氨酯黏结剂为聚合物, 含有极性很强、化学活性很高的异氰酸酯基(-NCO)和氨基(-NHCOO-), 可与材料表面的吸附水、钙离子、钠离子等形成稳固的化学键, 同时聚氨酯与被粘材料间产生的氢键作用会使分子内聚力增强。

实验结果显示过氧化氢组黏结强度最高, 硅烷化组与喷砂组之间差异无显著性意义( $P > 0.05$ ), 但都高于HF酸处理组和对照组。

纤维桩表面由环氧树脂基质包绕, 是高度转化的交联结构<sup>[16]</sup>; 过氧化氢处理是将化学方法对纤维桩表面环氧树脂去除, 增加桩表面粗糙度, 能够产生更多的摩擦力, 进一步加强与聚氨酯黏结剂的黏结强度。氨基甲硅烷偶联剂可在无机物与有机物的界面间架起“分子桥”, 通过化学性黏结无机物和聚合物, 增加表面润湿性, 是良好的黏结促进剂。喷砂处理常被用于金属或瓷表面, 令其表面粗糙并使其清洁, 可增加微机械固位; 喷砂组与硅烷化组对黏结力的提高未见明显差异, 可能由于聚氨酯黏结剂通过硅烷偶联剂的桥梁作用黏结纤维桩加大了分子内聚力。与过氧化氢相比, HF酸处理组能更大的去除纤维桩表面的环氧树脂, 然而电镜显示部分纤维桩表层被破坏, 溶解了玻璃成分, 使得桩表面呈现不规则的孔隙状<sup>[17]</sup>。

体外冷热循环实验是模拟了口腔温度变化来检测材料长期稳定性的基本方法, 在体外状态下, 冷热循环试验机可以模拟口腔温度变化, 检验黏结材料的抗疲劳性。实验依据ISO11450规定冷热循环在5℃和55℃水中循环5 000次<sup>[18-19]</sup>, 在冷热水中停留30 s, 传递时间

为20 s。实验中聚氨酯黏结剂的黏结强度略有下降,但并不明显,可能与聚氨酯黏结剂良好的稳定性,及具有的抵抗热应力和耐水解作用有关。由于聚氨酯黏结剂为首次应用于口腔修复领域,尚存在一些缺点和不足:①医用聚氨酯黏结剂黏结前需要加热到50~80 °C之间,并需要抽真空,这无疑增加了操作的步骤。②初凝时间长达30 min。尽管如此,其良好的稳定性和高黏结性能以及价格低廉等优点仍有很大的发展空间,黎明化工研究所新开发的快固化聚氨酯黏结剂凝聚时间2.0~3.0 min,对钢与钢的黏结强度可达24 MPa<sup>[20]</sup>。不久的将来,该黏结剂可能成为口腔修复材料的高分子黏结剂。

实验选择使用了4种表面处理方法,探讨对纤维桩与聚氨酯黏结剂黏结强度的影响,结果显示聚氨酯黏结剂4种表面处理方法均可提高黏结强度。实验过程中人为因素可能导致结果不够严谨,黏结过程中稍有不慎就会影响黏结效果;未来可增加实验条件对聚氨酯作用的纤维桩进一步研究,为临床广泛应用提供指导意义。

#### 4 参考文献

- [1] Du Z, Ji P. Kouqiang Hemian Xiufuxue Zazhi. 2007;8(3):227-228. 杜珍, 汲平. 纤维桩的分类及性能特点[J]. 口腔颌面修复学杂志, 2007, 8(3): 227-228
- [2] Yu WQ, Zhang XY. Shanghai Kouqiang Yixue. 2007;16(1):89-91. 于卫强, 张修银. 纤维桩的研究进展[J]. 上海口腔医学, 2007, 16(1): 89-91.
- [3] Que ZN, Zhang FQ. Kouqiang Cailiao Qixie Zazhi. 2007;16 (3): 144-146. 阙珍妮, 张富强. 纤维桩黏结强度的影响因素[J]. 口腔材料器械杂志, 2007, 16(3): 144-146.
- [4] Akgungor G, Akkayan B. Influence of dentin bonding agents and poly-merization modes on the bond strength between translucent fiber posts and three dentin regions within a post space. J Prosthet Dent. 2006;95(5):368-378.
- [5] Naumann M, Blankenstein F, Dietrich T. Survival of glass fibre reinforced composite post restorations after 2 years-an observational clinical study. J Dent. 2005;33(4):305-312.
- [6] Stockton LW. Factors affecting retention of post systems: a literature review. J Prosthet Dent. 1999;81(4):380-385.
- [7] Nergiz I, Schmage P, Ozcan M, et al. Effect of length and diameter of tapered posts on the retention. J Oral Rehabil. 2002;29(1): 28-34.
- [8] Cohen BI, Pagnillo MK, Newman I, et al. Retention of three endodontic posts cemented with five dental cements. J Prosthet Dent. 1998;79(5):520-525.
- [9] Cohen BI, Musikant BL, Deutsch AS. Comparison of retentive properties of four post systems. J Prosthet Dent. 1992;68(2): 264-268.
- [10] Vichi A, Grandini S, Davidson CL, et al. An SEM evaluation of several adhesive systems used for bonding fiber posts under clinical conditions. Dent Mater. 2002;18(7):495-502.
- [11] Glazer B. Restoration of endodontically treated teeth with carbon fibre posts--a prospective study. J Can Dent Assoc. 2002;66(11): 613-618.
- [12] Patierno JM, Rueggeberg FA, Anderson RW, et al. Push-out strength and SEM evaluation of resin composite bonded to internal cervical dentin. Endod Dent Traumatol. 1996;12(5): 227-236.
- [13] Rached RN, Powers JM, Del Bel Cury AA. Repair strength of autopolymerizing, microwave, and conventional heat-polymerized acrylic resins. J Prosthet Dent. 2004;92(1):79-82.
- [14] An MX, Liu HJ, Yu WM, et al. Beijing: Cailiao Kexue yu Gongcheng Chubanshe. 2001:7-105. 安孟学, 刘厚均, 郁为民, 等. 聚氨酯弹性体手册[M]. 北京: 材料科学与工程出版社, 2001: 7-105.
- [15] Li SX, Liu YJ. Beijing: Huaxue Gongye Chubanshe. 2004:305. 李绍雄, 刘益军. 聚氨酯树脂及其应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 305.
- [16] Sadek FT, Monticelli F, Goracci C, et al. Bond strength performance of different resin composites used as core materials around fiber posts. Dent Mater. 2007;23(1):95-99.
- [17] Vano M, Goracci C, Monticelli F, et al. The adhesion between fibre posts and composite resin cores: the evaluation of microtensile bond strength following various surface chemical treatments to posts. Int Endod J. 2006;39(1):31-39.
- [18] International Organization for Standardization. ISO TR 11405. Dental material-guidance on testing of adhesion to tooth structure. 1994.
- [19] Nikaido T, Kunzelmann KH, Chen H, et al. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. Dent Mater. 2002;18(3):269-275.
- [20] Weng HY. Shenzhen Juanzhi Guoji Huiyi Lunwenji. 2002. 翁汉元. 中国聚氨酯黏结剂的行业现状与发展展望[C]. 深圳聚氨酯国际会议论文集, 2002.

#### 来自本文课题的更多信息--

**作者贡献:** 实验设计为第一、二作者, 实验实施为第一、三作者, 实验评估为全部作者, 资料收集为第一作者, 第一作者成文, 第二作者审核, 第二作者对文章负责。

**致谢:** 衷心感谢佳木斯大学机械学院陈淑梅老师, 材料学院吴海树老师、马振在本实验工作中给予的指导, 感谢佳木斯大学附属口腔医院刘杰老师、梁凤林, 马术明在实验过程中的帮助和指导。

**利益冲突:** 课题未涉及任何厂家及相关雇主或其他经济组织直接或间接的经济或利益的赞助。

**本文创新性:** 经检索 2010-04/06 中国知网数据库, 检索关键词: 纤维桩, 表面处理, 聚氨酯, 发现临床上纤维桩修复失败的原因最常见的是黏结不牢固, 实验通过不同表面处理方法检测纤维桩与聚氨酯黏结剂的黏结强度, 可为临床选用表面处理方法提供理论参考。