· 论著 ·

复合树脂与玻璃陶瓷微拉伸粘接强度的体外研究

唐仁韬[1]，李欣海[2]，于江利[3]，冯 琳[1△]，高学军[1]
(1. 北京大学口腔医学院·口腔医院，牙体牙髓科 国家口腔疾病临床医学研究中心 口腔数字化医疗技术和材料国家工程实验室 口腔数字医学北京市重点实验室，北京 100081; 2. 中国科学院动物研究所，北京 100101; 3. 北京大学口腔医学院·口腔医院第二门诊部，北京 100101)

【摘 要】目的：研究复合树脂与玻璃陶瓷的微拉伸粘接强度，以及树脂表面处理和老化对粘接强度的影响。方法：制备离体牙牙本质块、树脂块及瓷试块，使用树脂水门汀粘固。根据粘固底物(牙本质与瓷或树脂与瓷)、不同树脂表面处理以及是否温度循环老化进行分组。对照组为牙本质与瓷粘固(A1、A2组)；实验组为树脂与瓷粘固，对树脂表面不处理(B1、B2组)或分别进行以下处理，即甲基丙烯酸酯单体(C1、C2组)、硅烷化(D1、D2组)、粗化(E1、E2组)、抛光(F1、F2组)处理后再与瓷粘固。将粘固后的试块切为长方体试件，试件制备后即刻(A1～F1组)或经温度循环后(A2～F2组)测试微拉伸粘接强度。扫描电镜观察试件断面形态，采用单因素方差分析对所得数据进行统计学分析。结果：老化前后，未经表面处理的树脂与瓷的微拉伸粘接强度【B1 (30.02±3.85) MPa，B2 (26.83±3.14) MPa】均高于牙本质与瓷【A1 (20.55±4.51) MPa，A2 (12.94±0.69) MPa】($P<0.05$)。与未行表面处理(B1、B2组)相比，经表面处理后树脂与瓷(C1～F1、C2～F2组)的粘接强度差异无统计学意义。结论：树脂与瓷粘固，可获得不低于牙本质与瓷的粘接强度，对树脂进行甲基丙烯酸酯单体处理、硅烷化、粗化或抛光等表面处理不能有效提升树脂与瓷的粘接强度。

【关键词】玻璃陶瓷；复合树脂；微拉伸粘接强度；表面处理
【中图分类号】R783.1 【文献标志码】A 【文章编号】1671-167X(2020)04-0755-07
doi: 10.19723/j.issn.1671-167X.2020.04.030

Evaluation of microtensile bond strength between resin composite and glass ceramic

TANG Ren-tao[1], LI Xin-hai[2], YU Jiang-li[3], FENG Lin[1△], GAO Xue-jun[1]
(1. Department of Cariology and Endodontology, Peking University School and Hospital of Stomatology & National Clinical Research Center for Oral Diseases & National Engineering Laboratory for Digital and Material Technology of Stomatology & Beijing Key Laboratory of Digital Stomatology, Beijing 100081, China; 2. Institute of Zoology, Chinese Academy of Science, Beijing 100101, China; 3. Second Clinical Division, Peking University School and Hospital of Stomatology, Beijing 100101, China)

ABSTRACT **Objective:** To evaluate the microtensile bond strength of resin composite to glass ceramic, and the effect of surface treatment of resin composite and thermal cycling aging on the microtensile bond strength. **Methods:** Rectangular blocks were made with dentin of extracted molars, resin composite or feldspathic glass ceramic respectively. The bonding surfaces of these rectangular blocks were sanded by 600-grit silicon carbide paper before luting. A self-etching resin cement was used as luting agent. The specimens were divided into groups according to the types of substrates of adhesion (dentin/glass ceramic or resin composite/glass ceramic), the way of surface treatments and whether thermal cycling aging ocurred. The dentin blocks were adhered to ceramic blocks as controls (group A1 and A2). The resin composite blocks were adhered to the ceramic blocks as experiment groups. The resin composite surfaces were treated by different ways before luting: no extra surface treatment (group B1 and B2), treated by ethyl methacrylate solution (group C1 and C2) or silane coupling agent (group D1 and D2), coarsened by 360-grit silicon carbide paper (group E1 and E2) or polished by 1 200-grit silicon carbide paper (group F1 and F2). After luting, the microtensile bond strength of the specimens were tested before (group A1 – F1) or after (group A2 – F2) thermal cycling aging. After microtensile bond strength test, the fracture bonding surfaces of the specimens were observed by a scanning electron microscopy to determine the type of bonding failure. The data were statistically analyzed using one-way analysis of variance. **Results:** The microtensile bond strength of resin composite to glass ceramic with no extra treatment achieved high bond values before and after thermal cycling 【B1 (30.02±3.85) MPa, B2 (26.83±3.14) MPa】, which were statistically different from those of the control groups 【A1 (20.55±4.51)

基金项目：北京市自然科学基金(7113176) Supported by the Beijing Natural Science Foundation (7113176)
△ Corresponding author's e-mail, 1165155446@qq.com
网络出版时间：2020-6-15 7:03:13 网络出版地址：http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.4691.R.20200612.1809.018.html

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

MPa, A2 (12.94 ± 0.69) MPa, $P < 0.05$]. The microtensile bond strength between the glass ceramic and resin composite did not increase after different surface treatments of resin composite. **Conclusion:** The microtensile bond strength between resin composite and glass ceramic achieved as similar bond strength as that between dentin and glass ceramic and even better. Surface treatment of resin composite *via* methyl methacrylate solution, silane coupling agent, coarsening, or polishing did not increase the microtensile bond strength effectually.

KEY WORDS Resin composite; Glass ceramic; Microtensile bond strength; Surface treatment

玻璃陶瓷有良好的生物相容性和美学效果[1-2],用于牙体缺损的修复治疗具有较高的成功率[3-4],失粘接是影响其成功率的重要因素之一。

玻璃陶瓷修复体与牙体硬组织间采用树脂水门汀粘固可获得良好的粘接效果,强度可达20 MPa以上[5-6],但在很多临床情况下,常需先用复合树脂对牙体缺损部分的窝洞进行垫底或填平倒凹,再进行玻璃陶瓷的粘固修复,即预备体与玻璃陶瓷的粘固面除牙体组织外,还有复合树脂。复合树脂与玻璃陶瓷的粘接强度如何、复合树脂垫底是否会增加修复体失粘接的概率,目前尚无定论。

关于复合树脂充填缺损后修补的研究表明,对复合树脂进行表面处理能够增强"未固化的新复合树脂-粘接剂-旧复合树脂"的粘接强度,表面处理的方法包括甲基丙烯酸酯单体液处理、硅烷化、喷砂和激光蚀刻等[7-20],但这些表面处理方法能否增加"已固化复合树脂-树脂水门汀-玻璃陶瓷"的粘接强度,目前并不明确。

本研究旨在探讨复合树脂与玻璃陶瓷的微拉伸粘接强度,分析不同表面处理方法及温度循环老化处理对复合树脂微拉伸粘接强度的影响,并通过扫描电镜观察其粘固断面的微观形态,为临床应用玻璃陶瓷修复牙体缺损提供参考。

1 材料与方法

1.1 牙本质块的制备

选用3个月内于北京大学口腔医院拔除的无龋、无明显磨损的磨牙,保存于5.0 ℃生理盐水中。以金刚砂钻针去除表面釉质,于Zoom 630体式显微镜(上海长方光学仪器有限公司,中国)下确认,截除牙根,制备牙本质块。使用600目砂纸湿性打磨冠方牙本质待粘固面1 min,冲洗,吹干。

1.2 玻璃陶瓷块的制备

选用24个IPS-Empress-2玻璃陶瓷(Ivocalr Vivadent公司,列支敦士登公国)成品瓷块,依次使用金刚砂钻针和600目砂纸湿性打磨瓷块表面,冲洗,吹干。

1.3 树脂块的制备

使用Clearfil AP-X(A3)(Kuraray公司,日本)树脂制成20个横截面1.0 cm×1.0 cm,高0.5 cm的树脂块,光照固化后使用600目砂纸湿性打磨待粘固面,冲洗,吹干,30 min后粘固。

1.4 分组和粘固

具体实验分组及粘固见表1。

表1 试件分组

Table 1 Groups of specimens

Groups	Substrates of adhesion	Surface treatments of resin composite	Aging treatment
A1	Dentin-ceramic		
A2	Dentin-ceramic		TC
B1	Resin composite-ceramic		
B2	Resin composite-ceramic		TC
C1	Resin composite-ceramic	Ethyl methacrylate solution	
C2	Resin composite-ceramic	Ethyl methacrylate solution	TC
D1	Resin composite-ceramic	Silane coupling agent	
D2	Resin composite-ceramic	Silane coupling agent	TC
E1	Resin composite-ceramic	Coarsened by 360-grit silicon carbide paper	
E2	Resin composite-ceramic	Coarsened by 360-grit silicon carbide paper	TC
F1	Resin composite-ceramic	Polished by 1 200-grit silicon carbide paper	
F2	Resin composite-ceramic	Polished by 1 200-grit silicon carbide paper	TC

TC, thermal cycling.

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

分组：简单随机选取 4 个牙本质块和 4 个瓷块粘固作为对照组（A），分别选取 20 个树脂块和瓷块粘固作为实验组，并根据树脂块表面处理方式的不同，简单随机分为 5 组（B、C、D、E、F 组），每组 4 个树脂块和瓷块。

牙本质粘固面的处理：使用 SE Bond primer（SE）（Kuraray 公司，日本）处理 20 s，轻轻吹干。

瓷块粘固面的处理：使用 9.6%（体积分数）氢氟酸（Pulpdent 公司，美国）酸蚀 60 s，冲洗，吹干。以 Monobond Plus 硅烷偶联剂（Ivocalr Vivadent 公司，列支敦士登公国）处理酸蚀后的瓷块表面 60 s，吹干。

复合树脂粘固面的处理：各实验组均使用 SE 涂擦 20 s 后吹干，根据对复合树脂粘固面的表面进一步的处理方式分组：B 组除 SE 外不再处理；C 组树脂表面使用 SE 后，以甲基丙烯酸酯单体液（牙托水，瑞尔公司，中国）处理 30 s，吹干；D 组树脂表面使用 SE 后，以硅烷偶联剂处理 60 s；E 组及 F 组树脂块表面分别使用 360 目砂纸打磨粗化（E 组）或 1 200 目砂纸打磨抛光（F 组）处理，冲洗吹干，再使用 SE。

复合树脂与陶瓷、牙本质与陶瓷的粘固：采用自粘接树脂水门汀 Relyx U200（3M 公司，美国）粘固，施加 600 g 压力，并分别从试件的 4 个面光照固化各 20 s。

1.5　微拉伸试件的制备

自凝树脂包埋上述粘固后的“复合树脂-陶瓷”和“牙本质-陶瓷”试块，用 SP1600 切片机（Leica 公司，德国）将试块切割为 10.0 mm × 1.0 mm × 1.0 mm 的长方体试件。

1.6　微拉伸粘接强度测试

每组简单随机选取 10 个长方体试件，以千分尺测量粘固面横截面积 S，用微拉伸强度测试仪（Bisco 公司，美国）测试试件断裂力值 F，拉伸速度为 1 mm/min。计算微拉伸粘接强度值 P（$P = F/S$）。A1、B1、C1、D1、E1、F1 组粘固后直接测试，A2、B2、C2、D2、E2、F2 组进行温度循环老化后测试。

1.7　温度循环老化

A2、B2、C2、D2、E2、F2 组每组简单随机选取 10 个长方体试件进行温度循环老化处理，共 10 000 次，低温（5.0 ± 0.5）℃，高温（55.0 ± 0.5）℃，各停留 30 s，中间间隔 2 ~ 3 s，记为 1 次。

1.8　扫描电镜观察

上述试件经微拉伸强度测试断裂后，以酒精梯度脱水、喷金，在扫描电镜下观察断裂面形态。

1.9　统计学分析

使用 SPSS 13.0 软件，采用单因素方差分析（one-way ANOVA）分别比较各组微拉伸粘接强度总体差别，并用 LDS 法对组间均值进行比较。

2　结果

2.1　微拉伸粘接强度测试结果

各组微拉伸粘接强度见表 2、3。

表 2　复合树脂、牙本质与玻璃陶瓷的微拉伸粘接强度比较（MPa，$\bar{x} \pm s$）

Table 2　Microtensile bond strength for different adhesive objects（MPa，$\bar{x} \pm s$）

Groups	Before TC	After TC	F	P
A1，A2	20.55 ± 4.51（A1）	12.94 ± 0.69（A2）	27.803	0.001
B1，B2	30.02 ± 3.85（B1）	26.83 ± 3.14（B2）	4.115	0.058
F	25.473	185.380		
P	0.001	0.001		

TC，thermal cycling.

表 3　表面处理对复合树脂与玻璃陶瓷微拉伸粘接强度的影响（MPa，$\bar{x} \pm s$）

Table 3　Microtensile bond strength for different surface treatment（MPa，$\bar{x} \pm s$）

Groups	Before TC	After TC	F	P
B1，B2	30.02 ± 3.85（B1）	26.83 ± 3.14（B2）	4.115	0.058
C1，C2	32.04 ± 5.74（C1）	29.48 ± 5.29（C2）	1.072	0.314
D1，D2	25.45 ± 1.96（D1）	21.66 ± 6.92（D2）	7.452	0.014
E1，E2	35.59 ± 6.96（E1）	29.97 ± 7.69（E2）	1.558	0.228
F1，F2	28.70 ± 3.65（F1）	23.80 ± 3.77（F2）	8.737	0.008
F	3.426	2.979		
P	0.016	0.029		

TC，thermal cycling.

2.2　“复合树脂-玻璃陶瓷”与“牙本质-玻璃陶瓷”的微拉伸粘接强度及其比较

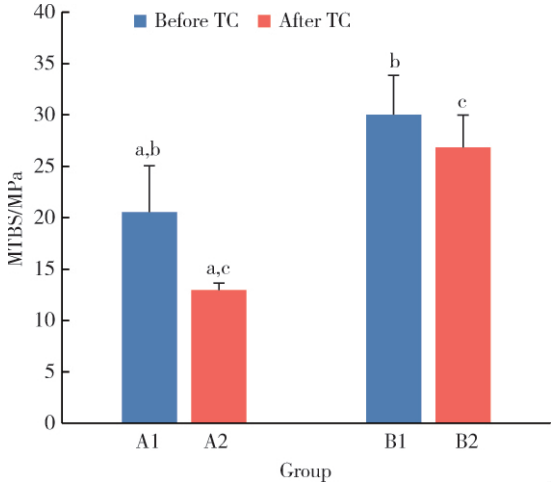
温度循环老化前和老化后，复合树脂与玻璃陶瓷（B1、B2 组）的微拉伸粘接强度均高于牙本质与玻璃陶瓷（A1、A2 组）的粘接强度，差异有统计学意义（$P < 0.05$，图 1）。温度循环老化后，牙本质与玻璃陶瓷粘固组（A2 组）的微拉伸粘接强度较老化前（A1 组）降低，差异有统计学意义（$P < 0.05$，图 1），而复合树脂与玻璃陶瓷粘固组老化前后（B1 组与 B2 组）的微拉伸粘接强度差异无统计学意义（$P > 0.05$，图 1）。

2.3　表面处理对复合树脂微拉伸粘接强度的影响

老化前，硅烷化处理组（D1）的微拉伸粘接强度

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

低于甲基丙烯酸酯单体组(C1) 和粗化组(E1) ,差异有统计学意义($P<0.05$, 图 2) 。抛光组(F1) 的微拉伸粘接强度低于粗化组(E1) ,差异有统计学意义($P<0.05$, 图 2) 。



Group A1, dentin and resin composite before thermal cycling; group A2, dentin and resin composite after thermal cycling; group B1, ceramic and resin composite before thermal cycling; group B2, ceramic and resin composite after thermal cycling. a, b, c, same letters indicated that $P<0.05$. MTBS, microtensile bond strength; TC, thermal cycling.

图 1 复合树脂、牙本质与玻璃陶瓷的微拉伸粘接强度比较

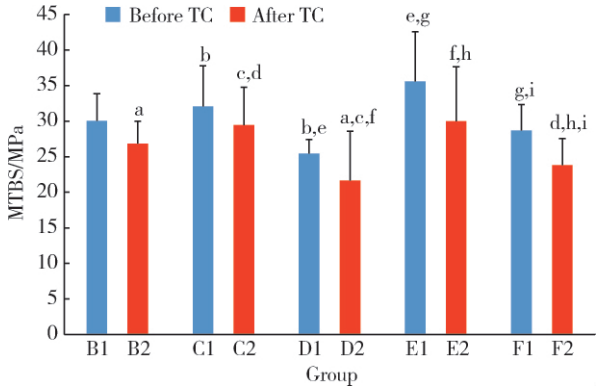
Figure 1 Microtensile bond strength for different adhesive objects

老化后,硅烷化处理组(D2) 的微拉伸粘接强度低于未处理组(B2) 、甲基丙烯酸酯单体组(C2) 和粗化组(E2) ,差异有统计学意义($P<0.05$, 图 2) 。抛光组(F2) 的微拉伸粘接强度低于甲基丙烯酸酯单体组(C2) 和粗糙组(E2) ,差异有统计学意义($P<0.05$, 图 2) 。

抛光组老化后(F2) 的微拉伸粘接强度降低,与老化前(F1) 相比差异有统计学意义($P<0.05$, 图 2) ,其余各复合树脂组老化前后差异无统计学意义($P>0.05$, 图 2) 。

2.4 粘接失败类型及断面形态观察

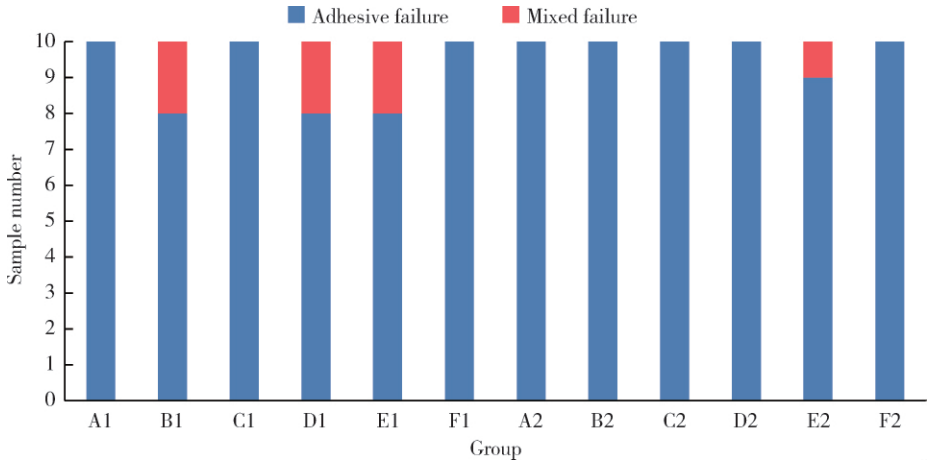
扫描电镜下观察各组微拉伸试件断裂面,断裂类型以粘接破坏(断裂面位于树脂水门汀层) 为主(图 3) 。



Group B1 and B2, no surface treatment; group C1 and C2, treatment with autopolymerizing acrylic resin; group D1 and D2, treatment with silane; group E1 and E2, roughened by 360 grit silicon carbide paper; group F1 and F2, polished by 1 200 grit silicon. a, b, c, d, e, f, g, h, i, same letters indicated that $P<0.05$. MTBS, microtensile bond strength; TC, thermal cycling.

图 2 表面处理对复合树脂与玻璃陶瓷微拉伸粘接强度的影响

Figure 2 Microtensile bond strength between resin composite and ceramic before and after thermal cycling



Abbreviations as in Figure 1 and 2.

图 3 微拉强度测试后的试件断裂类型及数量

Figure 3 Type of failure mode observed after microtensile bond strength testing for all samples

界面破坏类型与温度循环老化处理相关,结果显示: (1) 牙本质与玻璃陶瓷粘固试件(A1、A2) 老化前后的断裂类型均为粘接破坏(20/20) ; (2) 复合树脂与玻璃陶瓷粘固试件(B1 ~ F1) 中断裂类型为混合破坏(断裂面累及树脂水门汀及粘固底物,图 4) 的情况: 老化前有 6 个(6/50) 试件(图 3) ,老化后(B2 ~ F2) 仅有 1 个(1/50,图 3) ,其余均为粘接破坏(图 5) ; (3) 硅烷偶联剂处理组(D1、D2) 老化前后的断裂面可观察到大量“气泡”样结构存在(图 6) ,其他组试件均未观察到“气泡”存在。

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

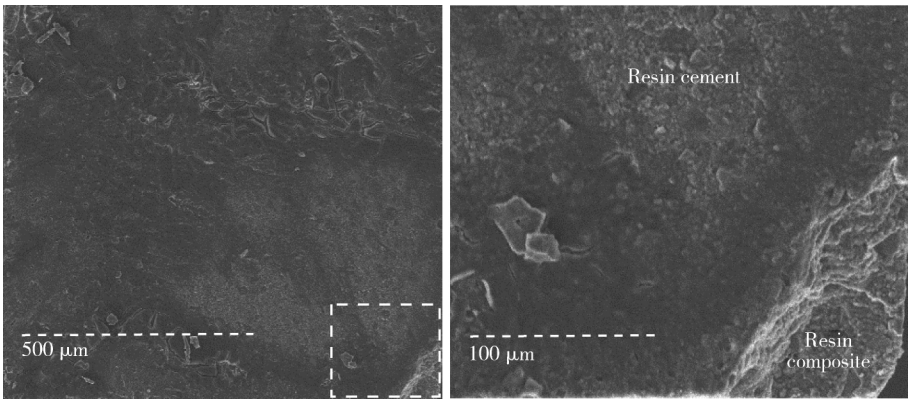


图 4　复合树脂与玻璃陶瓷粘固试件中的混合破坏(E1 组，右图为左图虚线方框内局部放大)

Figure 4　Mixed failure between glass ceramic and resin composite (group E1, the image on the right is partially enlarged of the box in the left)

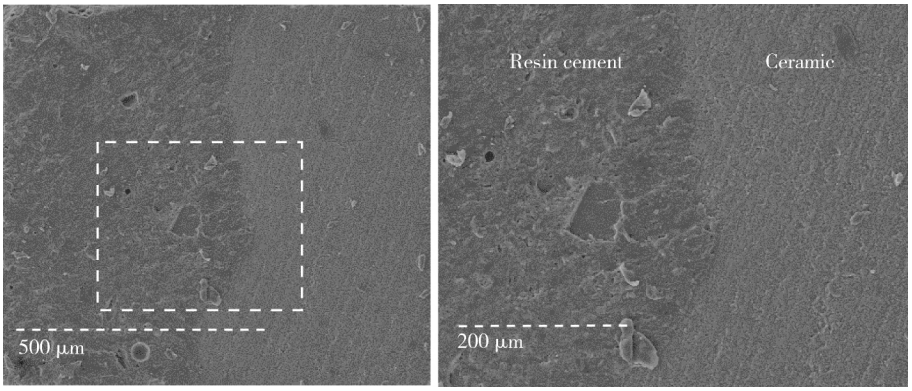


图 5　复合树脂与玻璃陶瓷粘固试件中的粘接破坏(E1 组，右图为左图虚线方框内局部放大)

Figure 5　Adhesive failure between glass ceramic and resin composite (group E1, the image on the right is partially enlarged of the box in the left)

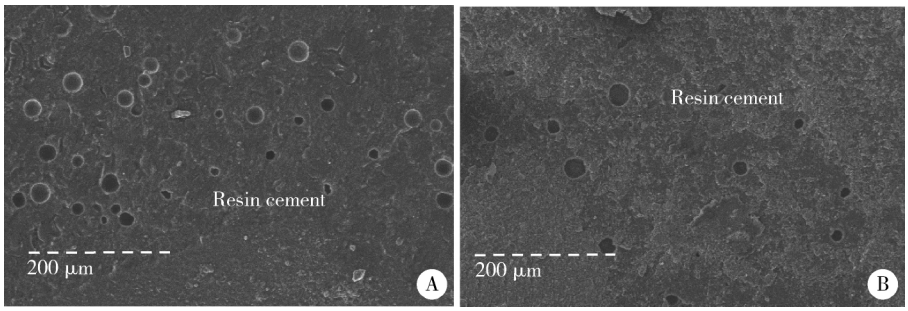


图 6　硅烷偶联剂处理组试件断裂面可见大量“气泡样”结构(A，D1 组；B，D2 组)

Figure 6　Cavitation bubble on the bonding interface of silane coupling agent group (A, group D1; B, group D2)

3　讨论

本研究比较了牙本质和复合树脂与玻璃陶瓷的微拉伸粘接强度，探讨复合树脂表面处理及温度循环对复合树脂与玻璃陶瓷粘接强度的影响，结果表明，本研究条件下，复合树脂与玻璃陶瓷的微拉伸粘接强度高于牙本质与玻璃陶瓷，表面处理并不能有效提高复合树脂与玻璃陶瓷的微拉伸粘接强度。

因自粘接树脂水门汀操作简便，故本研究选用自粘接树脂水门汀作为粘固剂。Monticelli 等[21]使用全酸蚀、自酸蚀、自粘接三类树脂水门汀粘固复合树脂和牙本质，在扫描电镜下观察到全酸蚀树脂水门汀粘固的牙本质表层脱矿明显，胶原纤维暴露，且有树脂突、混合层形成，而自酸蚀、自粘接树脂水门汀处理后的牙本质表层仅能观察到轻度脱矿和暴露的胶原纤维，并且大部分自粘接树脂水门汀处理后的牙本质未见脱矿、胶原纤维暴露、树脂突和混合层的形成，这可能会导致粘接强度下降。造成牙本质脱矿不足和粘接剂渗入受限的可能原因是：(1) 在使用树脂水门汀的过程中发生中和反应，导致 pH

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

值升高，使自粘接树脂水门汀酸蚀能力下降；(2) 树脂水门汀发生酸碱反应形成离子键，粘性增加[22-25]。在此基础上，Youm 等[26]发现使用聚丙烯酸或乙二胺四乙酸预处理，去除牙本质玷污层，可以增强自酸蚀树脂水门汀的粘接强度。本研究的粘固对象之一是牙本质，因此在用自粘接树脂水门汀粘固前，使用自酸蚀粘接剂的预处理剂对预备体(牙本质或复合树脂)表面进行预处理，以期增加其与玻璃陶瓷间的粘接强度。

树脂水门汀及预处理剂中含有甲基丙烯酸酯类单体，可与复合树脂表面的基质单体形成牢固的化学结合[27]。已固化的复合树脂表面含有 40% ~ 50% 未反应的基质单体，且树脂基质中双酚 A 甲基丙烯酸缩水甘油酯(Bis-GMA)及类似芳香族分子的含量越高，残留基质单体的量越多；双甲基丙烯酸二缩三乙二醇酯(TEGDMA)含量越低，残留双键(C═C)量越多[28-30]，这些均利于复合树脂与树脂水门汀的相互作用，但是，单体聚合反应随时间而增加，同时在水污染、打磨、抛光等情况下，复合树脂表面未反应的树脂基质单体和未打开双键的量会逐渐减少，可能会导致其粘接强度下降。本研究中，复合树脂经打磨和水冲洗后，与玻璃陶瓷的微拉伸粘接强度在温度循环老化前仍高于 30 MPa，老化后也达 26.83 MPa，可以为临床修复体提供较高的固位强度。

自凝树脂液中的甲基丙烯酸酯单体理论上可以通过溶胀作用，增强复合树脂与玻璃陶瓷的粘固，结果显示，使用自凝树脂液对复合树脂进行表面处理(C1、C2 组)，其粘接强度与未处理组(B1、B2 组)差异无统计学意义($P > 0.05$)，其原因可能是：(1) 用于表面处理的甲基丙烯酸单体不能渗入复合树脂表层内，因此不能与复合树脂中的树脂基质产生反应[13]；(2) 与牙本质或牙釉质粘接剂相比，树脂水门汀中含有大量填料，这会影响水门汀基质与复合树脂表面未反应单体的结合，因此甲基丙烯酸酯单体液处理对树脂水门汀微拉伸粘接强度的影响与其他以往研究关于树脂直接粘接修补的结果不完全一致；(3) 复合树脂经水污染后，其表面未聚合的单体会从基质中游离，这些游离的单体和复合树脂表面的氧阻聚层会影响树脂水门汀的聚合[31]。

复合树脂表面粗糙度的改变会影响其粘接强度[17-18]。本研究中，对复合树脂表面进行 600 目砂纸的打磨处理，使其表面相对平滑，这可能是本研究复合树脂与玻璃陶瓷粘固获得较高微拉伸粘接强度的前提。当使用 360 目砂纸打磨复合树脂增加表面粗糙度后(E1、E2 组)，微拉伸粘接强度有所提升(与 B1、B2、F1、F2 组比较)，但差异无统计学意义($P > 0.05$)。老化后，复合树脂表面粗化组的微拉伸粘接强度较抛光组增强，差异有统计学意义(E2 与 F2 组比较，$P < 0.05$)，结果提示复合树脂表面过于平滑可能会造成粘接强度的下降，因此临床上对复合树脂的表面抛光程度要适当。实验中使用砂纸改变复合树脂的表面粗糙度，而临床中则使用金刚砂车针进行表面修形和抛光。本研究使用 360、600 和 1 200 目砂纸所对应的粒度分别是 40、23、12 μm，分别与红、黄、白色金刚砂车针的粒度相接近[参考 ISO 7711-3-2004(E)]。

硅烷偶联剂水解后，其有机基团能与复合树脂基质中的甲基丙烯酸酯发生聚合反应，形成共价键，另一方面，硅烷偶联剂的水解基团水解后形成的硅烷醇基(Si—OH)，能与无机材料中的羟基发生缩聚反应形成硅氧烷键(Si—O—Si)。因此可在复合树脂表面使用硅烷偶联剂处理，以期增加粘接强度。本研究中，硅烷偶联剂处理组(D1、D2 组)与未处理组(B1、B2 组)相比，微拉伸粘接强度明显降低($P < 0.05$)，这一结果与 Alqarni 等[19]的部分结果类似，可能的原因是：(1) 使用硅烷偶联剂(D1、D2 组)后，断裂界面可观察到大量“气泡”样结构存在(图 6)，可能会影响树脂单体的聚合反应；(2) 不同类型的复合树脂硅烷化的效果与复合树脂固化后表面填料的暴露程度相关[19]；(3) 硅烷偶联剂可能会改变复合树脂基质的结构，使其填料暴露，导致复合树脂的抗力下降[11]，微拉伸粘接强度下降；(4) 硅烷偶联剂需要经过水解才具有与二氧化硅填料中硅羟基发生缩合反应的活性，硅烷偶联剂水解的最佳 pH 值为 4[32]，而本研究所用 SE 的 pH 值为 2，可能会影响硅烷化反应；(5) SE 中含水，而硅烷化过程本身对很多因素敏感，如水及其他溶剂的污染，可能是硅烷化处理未能增强粘接强度的原因。

老化后，牙本质与玻璃陶瓷(A1、A2 组)的微拉伸粘接强度降低，差异有统计学意义($P < 0.05$)；而复合树脂与玻璃陶瓷(B1、B2 组)的微拉伸粘接强度降低不明显，差异无统计学意义($P > 0.05$)。上述结果提示，本研究时限内“复合树脂-树脂水门汀-玻璃陶瓷”粘固界面的耐久性优于“牙本质-树脂水门汀-玻璃陶瓷”，但长期结果仍需进一步研究。

通过扫描电镜观察试件的断裂面形态，老化前共 6 个样本为混合断裂，老化后仅有 1 个，其余均为粘接破坏，结果提示树脂水门汀的抗老化能力弱于牙本质、复合树脂及玻璃陶瓷，树脂水门汀是整个粘

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

固界面最为薄弱的区域。

复合树脂与玻璃陶瓷粘固，可获得不低于牙本质与瓷的微拉伸粘接强度。对复合树脂进行甲基丙烯酸酯单体处理、硅烷化、粗化或抛光处理对复合树脂与玻璃陶瓷的粘接强度没有显著意义。

参考文献

[1] Saygili G, Sahmali S. Effect of ceramic surface treatment on the shear bond strengths of two resin luting agents to all-ceramic materials [J]. J Oral Rehabil, 2003, 30(7): 758 – 764.

[2] Reich S, Wichmann M, Rinne H, et al. Clinical performance of large, all-ceramic CAD/CAM-generated restorations after three years: a pilot study [J]. J Am Dent Assoc, 2004, 135(5): 605 – 612.

[3] Otto T, De Nisco S. Computer-aided direct ceramic restorations: a 10-year prospective clinical study of Cerec CAD/CAM inlays and onlays [J]. Int J Prosthodont, 2002, 15(2): 122 – 128.

[4] Otto T, Schneider D. Long-term clinical results of chairside Cerec CAD/CAM inlays and onlays: a case series [J]. Int J Prosthodont, 2008, 21(1): 53 – 59.

[5] Papia E, Larsson C, du Toit M, et al. Bonding between oxide ceramics and adhesive cement systems: a systematic review [J]. J Biomed Mater Res B Appl Biomater, 2014, 102(2): 395 – 413.

[6] Tian T, Tsoi JK, Matinlinna JP, et al. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials [J]. Dental Mater, 2014, 30(7): e147 – e162.

[7] Ozcan M, Barbosa S, Melo R, et al. Effect of surface conditioning methods on the microtensile bond strength of resin composite to composite after aging conditions [J]. Dental Mater, 2007, 23(10): 1276 – 1282.

[8] Brendeke J, Ozcan M. Effect of physicochemical aging conditions on the composite-composite repair bond strength [J]. J Adhes Dent, 2007, 9(4): 399 – 406.

[9] Sharif MO, Catleugh M, Merry A, et al. Replacement versus repair of defective restorations in adults: resin composite [J]. Cochrane Database Syst Rev, 2014(2): CD005971.

[10] Melo MA, Moyses MR, Santos SG, et al. Effects of different surface treatments and accelerated artificial aging on the bond strength of composite resin repairs [J]. Braz Oral Res, 2011, 25(6): 485 – 491.

[11] Cho SD, Rajitrangson P, Matis BA, et al. Effect of Er, Cr: YSGG laser, air abrasion, and silane application on repaired shear bond strength of composites [J]. Oper Dent, 2013, 38(3): E58 – E66.

[12] Blum IR, Lynch CD, Wilson NH. Factors influencing repair of dental restorations with resin composite [J]. Clin Cosmet Investig Dent, 2014, 6: 81 – 87.

[13] Barcellos DC, Miyazaki Santos VM, Niu L, et al. Repair of composites: Effect of laser and different surface treatments [J]. Int J Adhes Adhes, 2015, 59: 1 – 6.

[14] Padipatvuthikul P, Mair LH. Bonding of composite to water aged composite with surface treatments [J]. Dent Mater, 2007, 23(4): 519 – 525.

[15] Loomans BAC, Vivan Cardoso M, Roeters FJM, et al. Is there one optimal repair technique for all composites? [J]. Dent Mater, 2011, 27(7): 701 – 709.

[16] Goyal S. Silanes: Chemistry and applications [J]. J Indian Prosthodont Soc, 2006, 6(1): 14 – 18.

[17] Dal Piva AMDO, Tribst JPM, de Carvalho PCK, et al. Effect of surface treatments on the bond repair strength of resin composite to different artificial teeth [J]. Appl Adhes Sci, 2018, 6(1): 1 – 7.

[18] Sirin Karaarslan E, Ozsevik AS, Cebe MA, et al. Bond strength of repaired composite resins: surface treatments, adhesive systems, and composite type [J]. J Adhes Sci Technol, 2016, 30(5): 520 – 533.

[19] Alqarni D, Nakajima M, Hosaka K, et al. The repair bond strength to resin matrix in cured resin composites after water aging [J]. Dent Mater J, 2019, 38(2): 233 – 240.

[20] Flury S, Dulla FA, Peutzfeldt A. Repair bond strength of resin composite to restorative materials after short-and long-term storage [J]. Dent Mater, 2019, 35(9): 1205 – 1213.

[21] Monticelli F, Osorio R, Mazzitelli C, et al. Limited decalcification diffusion of self-adhesive cements into dentin [J]. J Dent Res, 2008, 87(10): 974 – 979.

[22] Demunck J. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin [J]. Dent Mater, 2004, 20(10): 963 – 971.

[23] Fukuda R, Yoshida Y, Nakayama Y, et al. Bonding efficacy of polyalkenoic acids to hydroxyapatite, enamel and dentin [J]. Biomaterials, 2003, 24(11): 1861 – 1867.

[24] 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.

[25] Reis A, Grandi V, Carlotto L, et al. Effect of smear layer thickness and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin [J]. J Dentistry, 2005, 33(7): 549 – 559.

[26] Youm S, Jung K, Son S, et al. Effect of dentin pretreatment and curing mode on the microtensile bond strength of self-adhesive resin cements [J]. J Adv Prosthodont, 2015, 7(4): 317 – 322.

[27] Cornelio RB, Wikant A, Mjosund H, et al. The influence of bisEMA *vs* bis GMA on the degree of conversion and water susceptibility of experimental composite materials [J]. Acta Odontol Scand, 2014, 72(6): 440 – 447.

[28] Yoon TH, Lee YK, Lim BS, et al. Degree of polymerization of resin composites by different light sources [J]. J Oral Rehabil, 2002, 29(12): 1165 – 1173.

[29] Vankerckhoven H, Lambrechts P, van Beylen M, et al. Unreacted methacrylate groups on the surfaces of composite resins [J]. J Dent Res, 1982, 61(6): 791 – 795.

[30] Goncalves F, Kawano Y, Pfeifer C, et al. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites [J]. Eur J Oral Sci, 2009, 117(4): 442 – 446.

[31] Imbery TA, Gray T, Delatour F, et al. Evaluation of flexural, diametral tensile, and shear bond strength of composite repairs [J]. Oper Dent, 2014, 39(6): E250 – E260.

[32] Matinlinna JP, Lassila LV, Ozcan M, et al. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry [J]. Int J Prosthodont, 2004, 17(2): 155 – 164.

(2019-10-09 收稿)

(本文编辑: 任英慧)

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net