

3 种大块充填树脂的耐磨耗性能及挠曲强度的比较研究

张欢,张梦龙,仇丽鸿,于静涛,薛明,詹福良

(中国医科大学附属口腔医院 牙体牙髓病科,辽宁 沈阳 110002)

[摘要] 目的:比较 3 种大块充填树脂的耐磨耗性能及挠曲强度。方法:选取 SDR、SonicFill、Tetric N-Ceram Bulk Fill 及传统纳米树脂 Herculite Precis,分别制作成直径为 10 mm、高度为 2 mm 的圆柱体耐磨耗实验试件和 2 mm×2 mm×25 mm 长方体挠曲强度实验试件。将磨耗试件固定在往复滑动球-片式磨耗试验机上,以人工唾液作为磨耗介质,加载力为 50 N,磨耗 1 万次后计算体积磨损值。应用万能实验机以 1 mm/min 的加载速度,测量并计算试件挠曲强度值。采用 SPSS13.0 软件包对 4 种复合树脂体积磨损量及挠曲强度值的差异进行单因素方差分析。结果:4 种树脂的体积磨损量从大到小依次为 SDR(1.2433 ± 0.11) mm³、SonicFill (0.6331 ± 0.09) mm³、Tetric N-Ceram Bulk Fill(0.3558 ± 0.05) mm³、Herculite Precis(0.3097 ± 0.04) mm³,挠曲强度值从大到小依次为 SonicFill(136.2184 ± 14.61) MPa、Herculite Precis(124.1468 ± 18.25) MPa、Tetric N-Ceram Bulk Fill(119.2082 ± 16.36) MPa、SDR(103.6246 ± 7.03) MPa。Tetric N-Ceram Bulk Fill 与对照树脂 Herculite Precis 的体积磨损量和挠曲强度值均无显著差异($P>0.05$)。结论:综合材料的耐磨耗性能和挠曲强度,大块充填树脂 Tetric N-Ceram Bulk Fill 可能更适合作为后牙直接充填材料。

[关键词] 大块充填树脂;耐磨耗性能;挠曲强度

[中图分类号] R783.1

[文献标志码] A

[文章编号] 1006-7248(2016)03-0292-04

Comparison of wear resistance and flexural strength of three kinds of bulk-fill composite resins ZHANG Huan, ZHANG Meng-long, QIU Li-hong, YU Jing-tao, XUE ming, ZHAN Fu-liang. (*Department of Endodontics, School of Stomatology, China Medical University. Shenyang 110002, Liaoning Province, China*)

[Abstract] PURPOSE: To compare the abrasion resistance and flexure strength of three bulk-fill resin composites with an universal nano-hybrid composite resins. **METHODS:** The specimens were prepared with three kinds of bulk fill composites (SDR, sonicfill, Tetric N-Ceram Bulk Fill) and an universal nano-hybrid composite resins (Herculite Precis). 10 mm in diameter × 2mm in height specimens were prepared for abrasion resistance, while 2 mm in width × 2 mm in depth×25 mm in length specimens were prepared for flexure strength. The specimens were mounted in a ball-on-disc wear testing machine and abraded with the media artificial saliva (50 N loads, 10000 cycles).Flexural test was performed with an Universal Testing Machine at a cross-head speed of 1mm/min. One-way variance analysis was used to determine the statistical differences of volume loss and flexural strength among groups with SPSS 13.0 software package ($P<0.05$). **RESULTS:** The volume loss was as follows: SDR (1.2433 ± 0.11) mm³<sonicfill (0.6331 ± 0.09) mm³<Tetric N-Ceram Bulk Fill(0.3558 ± 0.05) mm³<Herculite Precis(0.3097 ± 0.04) mm³. The flexural strength was as follows: sonicfill (136.2184 ± 16.70) MPa<Herculite Precis(124.1468 ± 19.96) MPa<Tetric N-Ceram Bulk Fill (119.2082 ± 20.32) MPa<SDR(103.6246 ± 7.13) MPa. There was no significant difference between Tetric N-Ceram Bulk Fill and Herculite Precis either in volume loss or flexural strength ($P>0.05$). **CONCLUSIONS:** With regard to wear resistance and flexural strength, Tetric N-Ceram Bulk Fill is recommended as an alternative for posterior restorations.

[Key words] Bulk-Fill Composite Resin; Wear resistance; Flexural strength

Shanghai J Stomatol,2016,25(3):292-295.

复合树脂因其美观性及良好的操作性,在牙的直接充填修复中得到广泛应用。复合树脂充填较深

窝洞时,需采用分层多次充填方法。分层充填方法一方面能满足树脂光固化深度的要求,另一方面能减少树脂的聚合收缩。但该方法口内操作时间长,且树脂层与层之间、树脂与牙体之间容易因操作不当而产生间隙或被污染。近期出现了一种新型大块充填

[收稿日期] 2015-09-25;**[修回日期]** 2015-11-23

[作者简介] 张欢(1988-),女,硕士,E-mail: 406470854@qq.com

[通信作者] 仇丽鸿,E-mail: drqlh@yahoo.com

©2016 年版权归《上海口腔医学》编辑部所有

树脂,可一次性充填深度达 4 mm 的窝洞,其聚合收缩率较低,不仅简化了临床操作,也避免了树脂层之间的间隙和污染。对于大块充填树脂的机械性能、聚合收缩等,已有一些实验研究报道^[1-5]。Ilie 等^[6]应用三点弯曲法测量树脂的挠曲强度,发现大块充填材料的挠曲强度与传统超微混合型树脂及纳米树脂间无显著差异。低黏度大块充填树脂的弹性模量、压痕模量及维氏硬度均显著低于高黏度大块充填树脂^[2],而 Tetric EvoCeram bulk fill 等 4 种大块充填树脂的聚合收缩应力均比临床通用混合型树脂 Z250 小^[7]。本研究通过体外实验,测定 3 种新型大块充填树脂的耐磨耗性和挠曲强度,评价新型大块充填树脂用于后牙充填的临床价值。

1 材料与方法

1.1 实验材料

实验材料见表 1。

1.2 实验方法

1.2.1 磨耗试件的制备 将涂有分离剂的石英玻璃管磨具置于载玻片上,根据厂家要求,分别用树脂枪、Sonicfill 声波手机、树脂充填器将 SDR、SF、TEBF 和 HP 4 种树脂充满模具,透过顶部载玻片,用光固化灯(3M ESPE,美国)光照 20 s,形成直径为 10 mm、高度为 2 mm 的圆柱体树脂试件。每种树脂制作 10 个试件。

1.2.2 挠曲强度试件的制备 将分离剂涂布于自制不锈钢槽内表面,应用上述方法将 4 种树脂充填于不锈钢磨具内,在树脂上方三段式垂直光照 20 s,共 60 s。按照 ISO4049^[8]标准,形成 2 mm×2 mm×25 mm 的长方体试件。每种树脂制作 10 个试件。所有磨耗和挠曲强度实验试件于 37℃恒温水浴锅(郑州杜甫仪器厂)内避光保存 24 h。

1.2.3 失水法测定密度 应用 1.2.1 的方法制备直径 3 mm、高 10 mm 的小圆柱体树脂试件^[9],每种材料制作 3 个。37℃水浴锅中避光保存 24 h 后,超声

荡洗 5 min,吹干后用电子分析天平称重,得到试件质量(m)。以 1 mL(直径 4.66 mm)一次性注射器为量筒,将小试件放入盛有 0.2 mL 蒸馏水的注射器中,液面上升的量即小试件体积(V)。根据公式 $\rho=m/V$ 计算小试件密度。以每组 3 个小试件密度的平均值代表该材料的密度。

1.2.4 摩擦磨损试验 依次用 800#、1200#、2000# 碳化硅水砂纸打磨试件表面,超声荡洗 5 min,吹干后称重。将试件固定于橡胶夹具内,在槽内注入人工唾液,以钢球(直径 10 mm)为对磨偶件(压力为 50 N、频率为 2 Hz),在试件表面做往复运动,移动距离为 5 mm,磨耗 1 万次(图 1)。每换 1 个树脂试件,同时更换新的钢球和磨耗介质。磨耗停止后,超声荡洗 5 min,吹干后再次称重,计算质量损失量 Δm 。根据公式 $\Delta V=\Delta m/\rho$,计算体积磨损量。

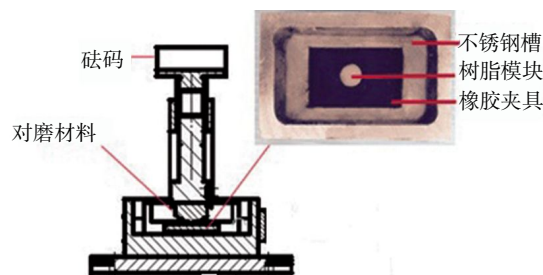


图 1. 摩擦磨损试验模拟图
Figure 1. Schematic diagram of wear test

1.2.5 挠曲强度试验 测量挠曲强度试件中部的宽和高,精确到 0.02 mm。将试件固定在万能实验机上(Exceed 启标 E44,中国),两支点间距离为 20 mm,以 1 mm/min 的速度加荷,记录断裂时的最大加荷值。根据以下公式计算挠曲强度值: $\delta=3FL/2BH^2$ 。其中,F 为最大加荷值(N),L 为两支点间距离(mm),B 为模块宽度(mm),H 为模块高度(mm)。

1.3 统计学分析

采用 SPSS13.0 软件包对 3 种大块充填树脂及传统纳米树脂的体积磨损量及挠曲强度值进行单因素方差分析,两两比较采用 LSD-t 检验, $P<0.05$ 为

表 1. 3 种大块充填树脂和对照纳米树脂的基本信息

Table 1. Information of three kinds of bulk fill composites and one nano-hybrid composite resins

树脂名称(简称)	厂家	类别	填料重量/体积
SonicFill(SF)	科尔公司(美国)	后牙高黏度大块充填树脂	83.5%/67%
Tetric N- Ceram Bulk Fill(TEBF)	义获嘉伟瓦登特公司(列支敦士登公国)	后牙高黏度大块充填树脂	79%~81%/60%~61%(包括预聚物)
SureFil SDR flow(SDR)	登士柏公司(美国)	低黏度大块充填树脂	68%/44%
Herculite Precise(HP)	科尔公司(美国)	前、后牙通用纳米复合树脂	78%/69%

差异具有显著性。

2 结果

3 种大块充填树脂和传统纳米树脂的体积磨损量和挠曲强度值见表 2。

表 2. 树脂体积磨损值及挠曲强度值($\bar{x} \pm s$)

Table 2. Wear volume loss and flexural strength of experimental composites($\bar{x} \pm s$)

树脂名称	n	体积磨损值(mm ³)	挠曲强度值(MPa)
SF	10	0.6330±0.09 ^a	136.2184±14.61 ^a
TEBF	10	0.3558±0.05 ^b	119.2082±16.36 ^b
SDR	10	1.2433±0.11 ^c	103.6246±7.03 ^c
HP	10	0.3097±0.04 ^b	124.1468±18.25 ^b

注:不同字母间差异显著($P < 0.05$),相同字母间无显著差异($P > 0.05$)

4 种树脂的体积磨损量从大到小依次为 SDR、SF、TEBF、HP。单因素方差分析表明 SDR、SF 与对照树脂 HP 的体积磨损值有显著差异 ($P < 0.05$),TEBF 与对照树脂 HP 之间无显著差异 ($P > 0.05$)。试件摩擦磨损试验前、后对比见图 2。

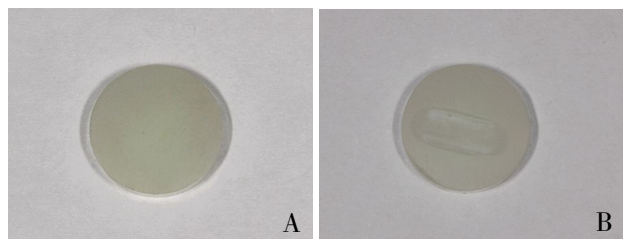


图 2. 磨损试验前、后试件图。A. 试验前试件照片; B. 试验后试件照片, 可见试件表面磨损

Table 2. Photos of pre-test and post-test specimens. A. Pre-test specimen; B. Post-test specimen showed wearing trace on the specimen's surface was seen

挠曲强度值从大到小依次为 SF、HP、TEBF、SDR。单因素方差分析表明, SDR、SF 与对照树脂 HP 的体积磨损值有显著差异 ($P < 0.05$), TEBF 与对照树脂 HP 体积磨损值之间无显著差异 ($P > 0.05$)。

3 讨论

大块充填树脂是近期出现的一种新型后牙充填树脂,其固化深度可达 4 mm^[1,3,10],不仅简化了临床操作,而且聚合收缩率较低^[7-11]。大块充填树脂可根据其流动性分为高黏度和低黏度 2 种。SDR 属于低黏度型,具有高流动性,需要配合树脂枪进行注射充填。SDR 具有自我调平特性,使材料更紧密附于窝洞壁。SF 和 TEBF 属于高黏度型,为后牙直接充填材料。SF 本身为高黏度树脂,当配合声波手机使用

时,可被声波激活,增加其流动性,能更紧密地适应窝洞壁。当充满窝洞且声波手机停用时, SF 即可恢复成膏状状态,易于定形和雕刻。TEBF 是一种纳米树脂,其性状类似于临床常用的膏状树脂,需使用树脂充填器进行大块充填。

口腔内的磨耗有多种形式,上、下颌牙与材料间直接接触摩擦造成的磨耗,属于二体(two-body)磨耗过程^[12]。本实验选用二体磨耗试验评价新型大块充填树脂的耐磨耗性能。在口腔环境中,树脂的吸水性会影响其物理性能。高分子聚合物吸水膨胀,会使填料边缘产生张力,进而促使摩擦过程中填料脱落^[13]。因此在试验前,所有试件都保存于 37℃ 的蒸馏水中 24 h,模拟口腔湿润环境。实验结果显示,大块充填树脂 SDR 和 SF 的体积磨损值显著大于对照树脂 HP ($P < 0.05$),耐磨耗性能均显著低于传统纳米树脂,而 TEBF 的磨耗损失量更接近临床常用树脂。Barkmeier 等^[14]以聚甲基丙烯酸甲酯悬浮液为磨耗介质,对大块充填树脂进行三体磨耗试验,也得到相同结论。材料耐磨耗性能的影响因素很多,如复合材料填料大小和形状、填料比例、填料的加工工艺及基质种类等^[15]。大块充填树脂作为一种新型树脂,其主要化学合成物与传统树脂无本质上的区别,也是由 Bis-GMA、UDMA、TEGDMA 和 EBPDM 等单体作为有机基体,混入常用的填料构成。Bucuta 等^[3]的实验研究发现,SDR 和 SF 增大了填料的体积,进而增大了填料和基质的表面积比例,可减少光的折射,增加透光性,从而增加固化深度。因此推测,大块树脂 SDR、SF 中大的、不规则的玻璃填料的加入,一方面可增加固化深度,另一方面增加了材料表面的粗糙度,使材料表面摩擦力增加,可能是造成两者耐磨耗性降低的原因。而 TEBF 固化深度的改变,主要是通过加入额外光引发剂 (Ivocerin),这种光引发剂比目前临床普遍使用的光引发剂樟脑酚更高效^[16],因此固化深度增加。TEBF 填料为纳米填料^[17],表面光滑、圆钝,因此获得与对照纳米树脂相近的耐磨耗性能。有研究^[18-19]总结临床树脂充填病例,发现充填材料折断现象有增加趋势。与断裂相关的一些机械性能常用挠曲强度来评价^[20]。对于 3 种大块充填树脂的挠曲强度,Leprince 等^[4]的实验发现, SF 的挠曲强度高于传统树脂 Grandio (Voco 公司,德国),而 SDR 和 TEBF 则低于 Grandio,更接近于流动树脂 Grandio Flow (Voco 公司,德国);同时,相关性试验

表明,大块充填树脂的机械性能与填料加载量呈正相关,Didem 等^[5]和 Ilie 等^[6]也得到相似结论。本实验结果(表 2)表明,大块充填树脂的挠曲强度从大到小依据为 SF、TEBF、SDR,与填料加载量大小顺序一致,进一步证明填料比例越大,大块充填树脂的挠曲强度越大。

在本实验条件下,SDR 的挠曲强度和耐磨性能都较低,建议将 SDR 作为牙本质充填材料使用,充填后牙咬殆面时,需增加 2 mm 的传统后牙纳米树脂层。SF 虽然有较高的挠曲强度,但其耐磨耗性能显著低于传统纳米树脂,因此作为后牙直接充填材料时,不建议用于高咬殆力区或夜磨牙患者。综合挠曲强度和耐磨耗性能两方面,大块充填树脂 TEBF 更适合用作后牙直接充填材料。

利益冲突声明:无。

[参考文献]

- [1] Czasch P, Ilie N. *In vitro* comparison of mechanical properties and degree of cure of bulk fill composites [J]. Clin Oral Investig, 2013, 17(1): 227-235.
- [2] Flury S, Hayoz S, Peutzfeldt A, et al. Depth of cure of resin composites: is the ISO 4049 method suitable for bulk fill materials? [J]. Dent Mater, 2012, 28(5): 521-528.
- [3] Bucuta S, Ilie N. Light transmittance and micro-mechanical properties of bulk fill *vs.* conventional resin based composites [J]. Clin Oral Investig, 2014, 18(8): 1991-2000.
- [4] Leprince JG, Palin WM, Vanacker J, et al. Physico-mechanical characteristics of commercially available bulk-fill composites [J]. J Dent, 2014, 42(8): 993-1000.
- [5] Didem A, Gözde Y, Nurhan Ö. Comparative mechanical properties of bulk-fill resins [J]. Open J Compos Mater, 2014, 4(2): 117-121.
- [6] Ilie N, Bucuta S, Draenert M. Bulk-fill resin-based composites: an *in vitro* assessment of their mechanical performance [J]. Oper Dent, 2013, 38(6): 618-625.
- [7] El-Damanhoury HM, Platt J. Polymerization shrinkage stress kinetics and related properties of bulk-fill resin composites [J]. Oper Dent, 2014, 39(4): 374-382.
- [8] ISO 4049:2009. Dentistry-resin based filling materials [S]. International Organization for Standardization, 2009.
- [9] 王立凯,石连水,朱洪水. 3 种新型复合树脂材料耐磨性及硬度的体外研究 [J]. 华西口腔医学杂志, 2008, 26(1): 15-18.
- [10] Lassila LV, Nagas E, Vallittu PK, et al. Translucency of flowable bulk-filling composites of various thicknesses [J]. Chin J Dent Res, 2012, 15(1): 31-35.
- [11] Rullmann I, Schattenberg A, Marx M, et al. Photoelastic determination of polymerization shrinkage stress in low-shrinkage resin composites [J]. Schweiz Monatsschr Zahnmed, 2012, 122(4): 294-299.
- [12] 李静,李诗杰,王万山,等. 8 种复合树脂耐磨耗性能和硬度的研究 [J]. 口腔材料器械杂志, 2014, 23(4): 173-180.
- [13] Yap AU, Teoh SH, Tan KB. Influence of water exposure on three-body wear of composite restoratives [J]. J Biomed Mater Res, 2000, 53(5): 547-553.
- [14] Barkmeier WW, Takamizawa T, Erickson RL, et al. Localized and generalized simulated wear of resin composites [J]. Oper Dent, 2015, 40(3): 322-335.
- [15] Bayne SC, Taylor DF, Heymann HO. Protection hypothesis for composite wear [J]. Dent Mater, 1992, 8(5): 305-309.
- [16] Moszner N, Fischer UK, Ganster B, et al. Benzoyl germanium derivatives as novel visible light photoinitiators for dental materials [J]. Dent Mater, 2008, 24(7): 901-907.
- [17] 石磊,宋艾阳,宫海环,等. 纳米复合树脂研究进展 [J]. 中国实用口腔科杂志, 2015, 8(3): 180-183.
- [18] van Dijken JW. Direct resin composite inlays/onlays: an 11 year follow-up [J]. J Dent, 2000, 28(5): 299-306.
- [19] van Nieuwenhuysen JP, D'Hoore W, Carvalho J, et al. Long-term evaluation of extensive restorations in permanent teeth [J]. J Dent, 2003, 31(6): 395-405.
- [20] Schulze KA, Marshall SJ, Gansky SA, et al. Color stability and hardness in dental composites after accelerated aging [J]. Dent Mater, 2003, 19(7): 612-619.

2016 血管瘤和血管畸形综合治疗学习班通知

由上海市继续教育委员会主办,上海交通大学医学院附属第九人民医院介入科承办的"血管瘤和血管畸形综合治疗学习班"将于 9 月 22-23 号在上海举行。本次会议重点关注血管畸形和血管瘤的诊治规范和诊治进展,针对无水乙醇介入栓塞血管畸形进行授课和手术演示,同时特邀世界首位应用无水乙醇治疗外周血管畸形的美国放射介入专家 WF Yakes 亲临学习班现场授课和疑难病例会诊以及现场手术演示。诚挚邀请您前来参加学习班,与国内外专家进行面对面交流。您将不虚此行,收获良多!

学术班亮点:与国际顶级大师面对面交流,聚焦无水乙醇在血管畸形中的应用要点,手机 APP 直播手术实况。

本次学习班为国家级继续教育项目(项目编号 2016-09-04-048),分为理论授课、中外专家疑难病例会诊和手术演示 3 部分,学员可获得 I 类教育学分证书和学分 10 分。

上海交通大学医学院附属第九人民医院介入科

2016 年 6 月 21 日