

聚胍类抗菌材料对牙周塞治剂微拉伸粘结强度的影响

陈晓霞^{1,2} 刘白玲³ 何帅² 王彦亮⁴ 朱莉 麻健丰^{4*}

(1. 温州医学院口腔医学院 浙江 温州 325000; 2. 解放军第118医院口腔科;
3. 中科院成都有机化学研究所; 4. 温州医学院附属口腔医院)

[摘要] 目的:通过测定6种聚胍类抗菌材料不同含量的牙周塞治剂与牙釉质的微拉伸粘结强度,探讨不同抗菌材料添加量对牙周塞治剂粘结对性能的影响。方法:150颗新鲜拔除的无龋第三磨牙颊侧制备出约5 mm×5 mm的牙釉质平面,分别将添加不同浓度聚单胍(PHGC)、有机硅改性聚单胍(PHGC-Si-1、PHGC-Si-1.5)、聚双胍(PBG)、有机硅改性聚双胍(PBG-Si-3、PBG-Si-4)的牙周塞治剂调拌好后堆在第三磨牙颊侧釉质平面上,将制备好的样本切成截面为2 mm×2 mm的条状试件用于微拉伸强度测试。结果:在牙周塞治剂中添加PHGC、PHGC-Si-1,含量小于0.50%,PBG含量小于0.25%,PBG-Si-3含量小于0.45%时,对塞治剂粘结力的影响很小。添加各种浓度的PHGC-Si-1.5、PBG-Si-4均对塞治剂的粘结力影响较大。结论:在牙周塞治剂中添加上述各种抗菌材料对塞治剂的粘结力均有不同程度的影响,而且随着抗菌材料中硅的含量的增加影响逐渐增大。

[关键词] 牙釉质 牙周塞治剂 抗菌材料 微拉伸粘结强度

[中图分类号] R781.4 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1671-7651(2012)12-1250-04

Microtensile Bond Strength of Periodontal Dressing Modified with Oligo-Guanidine Antimicrobial Agents. CHEN Xiaoxia, LIU Bai-ling, HE Shuai, et al. School & Hospital of Stomatology, Wenzhou Medical College, Wenzhou 325000

[Abstract] **Objective:** To study the effects of varied contents of different oligo-guanidine antimicrobial agents on the microtensile bond strength of periodontal dressing. **Methods:** One hundred and fifty non-carious human third molars were used in this study. The buccal enamel surfaces of the teeth were flat to obtain a 5mm×5mm enamel flat surface. Periodontal dressings with six kinds of antimicrobial agents (PHGC, PHGC-Si-1, PHGC-Si-1.5, PBG, PBG-Si-3, PBG-Si-4) were placed on the enamel surfaces. The specimens were then sectioned to sticks with a cross-section area of 2mm×2mm for microtensile bond strength tests. **Result:** Microtensile bond strength of periodontal dressing receives little effect, when the concentration of PHGC and PHGC-Si-1 is less than 0.50%, the concentration of PBG is less than 0.25%, and the concentration of PBG-Si-3 is less than 0.45%, respectively. Microtensile bond strength of periodontal dressing will decrease, no matter what the concentration of PHGC-Si-1.5 and PBG-Si-4 changes. **Conclusion:** Microtensile bond strength of periodontal dressing with six kinds of antimicrobial agents has different degrees of changes, and the effect is increased along with the increased silicon content found in antibacterial material.

[Key words] Enamel Periodontal dressing Antimicrobial agents Microtensile bond strength

口腔内的各种手术后裸露的创面需要用牙周塞治剂加以覆盖,以达到保护创面避免继发损伤、止血、固定松动牙和软组织,使暴露的根面脱敏、减轻

术后疼痛、增加患者的舒适感等作用。种植方面的研究表明,牙周塞治剂的生物学效应不仅影响结缔组织,而且还影响骨组织。临床操作中可能会有菌斑聚集在牙周塞治剂的下方,菌斑和唾液中富含各种细菌,牙周塞治剂虽然有抗菌作用,但其本身的抗菌作用还比较弱,细菌可以随着唾液一起渗入到创面,影响伤口的愈合,因此赋予牙周塞治剂更强的抗菌作用是有必要的。本课题组通过前期实验已经证实本实验中使用的抗菌材料(PHGC、PHGC-Si-1、PHGC-Si-1.5、PBG、PBG-Si-3、PBG-Si-4)

基金项目 全军医疗科研“十一五”计划基金项目(06MA151)
南京军区医疗卫生专业人才培养计划

南京军区医疗科研“十一五”计划基金项目(Y07010)

作者简介 陈晓霞(1983~),女,湖北人,主治医师,硕士,主要从事口腔修复学及口腔材料的研究工作。

*通讯作者 麻健丰,电话:(0577)88063088

4) 具有很强的抗菌作用, 故研究将上述抗菌材料加入到牙周塞治剂中后对牙周塞治剂机械性能的影响作用, 本研究通过微拉伸试验以评价改性后的牙周塞治剂的粘结力是否改变, 并找出合适的添加浓度。

1 材料与方法

1.1 实验材料和设备

1.1.1 牙齿 收集 150 颗新鲜拔除的无龋坏裂纹、牙齿完整、发育正常的人第三磨牙, 年龄 20~30 岁, 拔除消毒并去尽软组织, 随机分成 30 组, 每组 5 颗, 用以制备牙釉质粘结界面的, 置于 4 °C、0.1% 麝香草酚溶液中, 1 个月内使用。

1.1.2 材料 牙周敷料粉(第四军医大学口腔医院药剂科), 丁香油(上海青浦), 抗菌材料(本课题组刘白玲教授研发), 氰基丙烯酸粘合剂(Zapit, Bisco, 美国)。

1.1.3 实验设备 磨抛机(Mopao 260E, 中国, 山东); 慢速切割机(Isomet Buheler Ltd, USA); 微拉伸试验机(Microtensile Tester, Bisco Ltd, USA); 恒温干燥箱(KH-55A, 广州华仪); 电子游标卡尺(0-150, 上海); 体视显微镜(XTL-1, 南京江苏); 超声清洗仪(PS-60A, 中国, 杭州); 分析天平(HZT-A+300, 福州)。

1.2 实验方法

1.2.1 实验分组 根据预实验的结果, 使得抗菌材料(PHGC、PHGC-Si-1、PHGC-Si-1.5、PBG)在调拌好后牙周塞治剂混合物中的质量百分比分别为 0.25%、0.50%、0.75%、1.00% 组和 0.01% 的对照组, 以及抗菌材料(PBG-Si-3、PBG-Si-4)在混合物中的质量百分比分别为 0.15%、0.30%、0.45%、0.60% 组和 0.01% 的对照组, 一共 30 组。

1.2.2 试样的制备及筛选 用磨抛机在 350 转/分的转速下, 用 600grit(颗粒度)的碳化硅砂纸在第三磨牙的颊面牙釉质湿性打磨出一约 5 mm×5 mm 的牙釉质平面。将抗菌材料水溶液与丁香油按比例混合, 然后用超声振动仪振动混合均匀。用分析天平称取牙周敷料粉, 用移液器吸取抗菌材料和丁香油的混合物, 在玻璃板上用金属调拌刀用 1 min 将上述材料调拌并混合均匀。将调拌好的牙周塞治剂堆在牙釉质平面上, 牙周塞治剂的厚度约为 5 mm。将堆有牙周塞治剂的牙齿放在 37 °C 的恒温烘箱中保存 24 h 后, 在流水下用慢速切割机将其片切为粘结界面积约 2 mm×2 mm 的长方体状样本。切割速度保持在 60 r/min, 所有样本在体视显微镜下观察试样的粘结界面的, 排除制备缺陷试样, 每组随机选

取 15 个样本用于微拉伸检测。

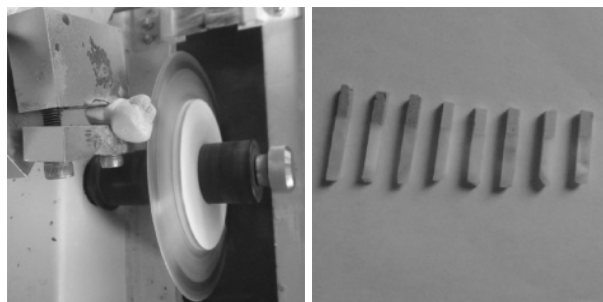


图 1 低速切割机流水下制备试件的图示

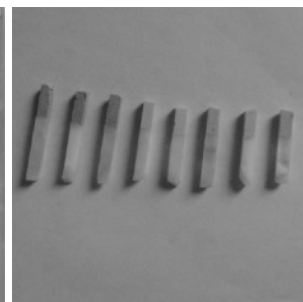


图 2 微拉伸试件图示

Fig. 1 Preparation of sample with slow-speed diamond saw under water cooling Fig. 2 Microtensile testing sample

1.2.3 微拉伸试验及数据的处理 取出样本, 用电子游标卡尺测量每个试件粘接面的实际面积(mm^2), 试件沿测试台长轴水平放置, Zapit 胶固定, 测试速度为 1 mm/min, 直到试件断裂, 记录试件破坏时的最大拉力(N), 微拉伸粘结强度(MPa)= N/mm^2 。若试件在低速切割时断裂或在进行微拉伸前任何时候断裂或微拉伸时未在粘结界面的断裂或者粘结界面的为斜面, 则该试件的粘结强度均不列入统计数据。



图 3 微拉伸夹具及样本图示

Fig. 3 Microtensile testing jig and sample



图 4 微拉伸试验机图示

Fig. 4 Microtensile testing device

1.3 统计学分析 微拉伸粘结强度结果先经 1-sample Kolmogorov-Smirnov 检验检测数据的正态性, 然后用单因素方差分析(One-way ANOVA)检测不同添加浓度的抗菌材料对粘结强度的影响, 再进行 Levene 方差齐性检验, 方差齐则用 LSD 检验用作组间比较, 如方差不齐则用 Dunnett's T3 检验用作组间比较。所有的统计处理均由 SPSS 19.0 统计软件完成。

表 1 各组添加了不同质量百分比抗菌材料的牙周塞治剂的微拉伸粘结强度

Table 1 Microtensile bond strength of periodontal dressing with varied amount of antimicrobial agents of different groups $\bar{x} \pm s$

抗菌材料	微拉伸粘结强度/ $N \cdot (mm^2)^{-1}$				
	0.01%组	0.25%组	0.50%组	0.75%组	1.00%组
PHGC	1.99±0.22	1.79±0.17	1.75±0.19	1.62±0.48	1.41±0.15
PHGC-Si-1	2.08±0.25	1.66±0.21	1.53±0.26	1.17±0.17	1.18±0.12
PHGC-Si-1.5	2.17±0.33	1.54±0.20	1.35±0.32	1.41±0.15	1.58±0.20
PBG	1.77±0.28	1.43±0.29	1.35±0.17	1.45±0.10	1.38±0.19

表 2 各组添加了不同质量百分比抗菌材料的牙周塞治剂的微拉伸粘结强度

Table 2 Microtensile bond strength of periodontal dressing with varied amount of antimicrobial agents of different groups $\bar{x} \pm s$

抗菌材料	微拉伸粘结强度/ $N \cdot (mm^2)^{-1}$				
	0.01%组	0.15%组	0.30%组	0.45%组	0.60%组
PBG-Si-3	1.68±0.29	2.03±0.28*	1.63±0.28	1.50±0.26	1.27±0.08
PBG-Si-4	1.92±0.15	1.54±0.16	1.57±0.19	1.57±0.28	1.47±0.25

注: * $P < 0.05$, 但 0.15% 的微拉伸粘结强度为 $(2.03 \pm 0.28) N/mm^2$, 大于对照组的微拉伸粘结强度 $(1.68 \pm 0.29) N/mm^2$, 可见当 PBG-Si-3 含量为 0.15% 时会提高牙周塞治剂的粘结力

2 实验结果

2.1 添加不同质量百分比抗菌材料的牙周塞治剂的粘结强度, 见表 1、表 2。用 SPSS19.0 软件对所得数据进行统计学检验, 单因素方差分析结果显示:

1) 在添加了 PHGC 的各组中, 1.00% 组与其它各组之间粘结强度的差别有统计学意义 ($P < 0.05$), 0.75% 组与 0.01% 组和 1.00% 组之间粘结强度的差别有统计学意义 ($P < 0.05$), 但 0.25% 组、0.50% 组与 0.01% 组之间粘结强度的差别无统计学意义。2) 在添加了 PHGC-Si-1 的各组中, 0.01% 组、0.75% 组和 1.00% 组与其他各组之间粘结强度的差别有统计学意义 ($P < 0.05$), 0.25% 组与 0.50% 组之间粘结强度的差别无统计学意义。3) 在添加了 PHGC-Si-1.5 的各组中, 0.01% 组与其它各组之间粘结强度的差别有统计学意义 ($P < 0.05$), 但其余各组之间粘结强度的差别无统计学意义。4) 在添加了 PBG 的各组中, 0.01% 组与 0.25% 组之间粘结强度的差别无统计学意义, 0.01% 组、0.25% 组与其它各组之间粘结强度的差别有统计学意义 ($P < 0.05$), 但其余各组之间粘结强度的差别无统计学意义。5) 在添加了 PBG-Si-3 的各组中, 0.15%、0.60% 组与其它各组之间粘结强度的差别有统计学意义 ($P < 0.05$), 但其余各组之间粘结强度的差别无统计学意义。6) 在添加了 PBG-Si-4 的各组中, 0.01% 组与其它各组之间粘结强度的差别有统计学意义 ($P < 0.05$), 但其余各组之间粘结强度的差别无统计学意义。

2.2 由表 1 和表 2 可见, 1) 在牙周塞治剂中添加了 PHGC、PHGC-Si-1, 含量小于 0.50%, PBG 含量小于 0.25%, PBG-Si-3 含量在 0.15%~0.45%

之间时, 对牙周塞治剂粘结力的影响很小。2) PBG-Si-3 含量为 0.15% 时微拉伸粘结强度为 $(2.03 \pm 0.28) N/mm^2$, 而对照组的微拉伸粘结强度为 $(1.68 \pm 0.29) N/mm^2$, 可见当 PBG-Si-3 含量为 0.15% 时会提高牙周塞治剂的粘结力 ($P < 0.05$)。3) 添加各种浓度的 PHGC-Si-1.5、PBG-Si-4 均明显降低牙周塞治剂的粘结力。

3 讨论

3.1 关于实验方法 Von-Fraunhofer^[1] 对牙周塞治剂的粘结力的影响因素研究发现, 将塞治剂放入 37℃ 水中 7 天时其张力无明显改变, 表明水对塞治剂粘结力无影响, 而本实验中用到的抗菌材料为固体, 极易吸水, 没法在空气中制备成粉末, 故本实验向塞治剂中添加抗菌材料的水溶液来研究抗菌材料对塞治剂粘结力的影响。根据塞治剂的使用说明可知, 使用时是将塞治剂粘在临床牙冠上和塞入邻间隙内, 不防碍咬合即可, 故塞治剂实际上是与牙釉质接触较多。另外, Rubinoff CH, Greener EH^[2] 等在研究塞治剂的粘结力时都是研究塞治剂与牙釉质之间的粘结力, 本实验中也研究塞治剂与牙釉质之间的粘结力。本实验将第三磨牙的颊面磨抛成一约 5mm×5mm 的牙釉质平面, 是为了制造出平面粘结, 使后面的断裂处粘结面积的测量更加准确, 减少误差。本实验中, 由于塞治剂本身的强度和粘结强度都不大, 在切割、转移样本和微拉伸测试的各个环节都容易在塞治剂材料内部或粘结界面发生断裂, 因此本实验设计将低速切割时断裂或在进行微拉伸前任何时候断裂, 或微拉伸时未在粘结界面断裂或者粘结界面为斜面的所有试件得到的数据均不列入统计分析数据中, 以减少误差, 使实验数据更加具有

可比性。所有试件均经体视显微镜筛选,以降低试件自身缺陷对微拉伸粘结强度的影响。体视镜下见,粘结系统的断裂类型多为粘结界面断裂,是微拉伸粘结测试实验中最常见的断裂类型^[3]。

3.2 微拉伸测试方法的使用 当对均质材料进行拉力测试时,拉伸强度随着材料体积的增大而减小。这种结果是由于材料中缺陷分布现象,因为较大面积材料中的缺陷多于较小面积的材料^[4],故本实验中选用微拉伸实验来测试牙周塞治剂与牙釉质之间的粘结力。微拉伸粘结强度检测法已广泛应用于牙齿粘结研究领域^[5,6]。Sano 等研究表明,当粘结面积在 $1.6\sim 1.8\text{ mm}^2$ 以下时,绝大多数的粘结破坏发生在粘结层,这样小的粘结面积使粘结界面中的应力分布更为均匀,从而使测试结果更接近真实的结果^[7]。因为牙周塞治剂的粘结力比较弱,当粘结面积选为 $1\text{ mm}\times 1\text{ mm}$ 时,几乎所有的试件均在低速切割时或从固定试件的树脂块上取下时断裂,故本实验将粘结面积选为 $2\text{ mm}\times 2\text{ mm}$ 。

3.3 抗菌材料对牙周塞治剂粘结力的影响 本课题组前期实验证明聚胍盐是一种环保型大分子杀菌消毒剂,具有多种优良性能,如:杀菌广谱、有效浓度低、作用速度快、性质稳定、易溶于水、可在常温下使用、长期抑菌、无腐蚀性、使用安全、价格适中。有机硅聚胍的抗菌性能随着产物中有机硅比例的增加而提高。口腔手术后使用牙周塞治剂是为了覆盖创面,隔绝唾液和细菌,抗菌、消炎。本试验将抗菌材料添加到牙周塞治剂中,预期达到增强牙周塞治剂的抗菌作用,但如果加入抗菌材料影响了牙周塞治剂的粘结力,使牙周塞治剂易脱落,达不到覆盖创面的作用,因此本课题组决定首先研究抗菌材料对牙周塞治剂粘结力的影响,然后再继续研究对牙周塞治剂的机械强度和凝结时间等因素的影响,并通过此试验找出牙周塞治剂中抗菌材料的可添加浓度。

4 结论

根据对牙周塞治剂的粘结力的影响来判断:在牙周塞治剂中可添加 PHGC 和 PHGC-Si-1,浓度应小于 0.50%;在牙周塞治剂中可添加 PBG,浓度应小于 0.25%;在牙周塞治剂中可添加 PBG-Si-3,浓度应小于 0.45%。PHGC-Si-1.5 和 PBG-Si-4 虽然硅的比例比较高,抗菌效果很好,但他们对牙周塞治剂的粘结力影响较大,故不宜在牙周塞治剂中添加 PHGC-Si-1.5 和 PBG-Si-4。

致谢:衷心感谢浙江大学附属口腔医院傅伯平教授和刘丽教授及其研究团队在试验设备方面给予的指导和帮助。

参考文献

- [1] Von-Fraunhofer JA, Argyropoulos DC. Physical properties of a periodontal dressing material [J]. Am J Dent, 1992, 5(5): 266
- [2] Rubinoff CH, Greener EH. Physical properties of an experimental periodontal dressing material [J]. Dental Materials, 1985, 1: 3-6
- [3] Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of C1098-sectional shape and surface area on the microtensile bond to [J]. L Dent Mater, 1998, 14(3): 212-221
- [4] Li H, Barrow MF, Tyas MJ. Nanoleakage of cervical restoration soffour dentin Bonding systems [J]. J AdhesDent, 2008, 2(1): 57-65
- [5] Viotti RG, Kasaz A, Pena CE, et al. Microtensile bond strength of new self-adhesive luting agents and conventional-multistep systems [J]. J Prosthet Den t, 2009, 102(5): 306-312
- [6] Jiang Q, Pan H, Liang B, et al. Effect of saliva contamination and decontamination on bovine enamel bond strength of four self-etching adhesive [J]. Oper Den t, 2010, 35(2): 194-202
- [7] 赵三军,陈吉华.牙本质粘结效果的评价方法及影响因素[J].国外医学,口腔医学分册,2002,29(5): 292

[收稿日期:2012-07-18]

(本文编辑 汪喻忠)

书讯

全国高等学校医学研究生教材《实用牙髓腔解剖学》已由人民卫生出版社出版。该书由朱友家、杜昌连、陈作良教授主编,并由武汉大学中南医院,武汉大学医学院,厦门市口腔医院,武汉大学口腔医学院,北京大学口腔医学院,University of Missouri School Dentistry, Loyola University School of Dentistry, Vanderbilt Universit 等院校专家学者共同编写。全书共十二章,重点叙述各牙牙髓腔的解剖形态,以图文并茂的形式全面详细地介绍了各牙的髓室、根管系统、根尖孔和侧副孔的形态特征,为临床应用提供了翔实的数据和典型的图片资料,对根管治疗具有重要的指导意义。本书为国内外首次编写的有关牙髓腔解剖方面的研究生教材,50余万字,图片800余幅。该书为彩色印刷,定价99元,各新华书店和医药卫生书店有售。也可以网上订购。门户网:www.pmph.com;购书热线:010-67605754、010-65264830、010-59787586、010-59787592。