•论著•

# 不同表面处理方式对聚醚醚酮与复合树脂粘接性能的影响

庞菲菲'刘俊杰'于子航'吴小婕'张昕宇'战德松'付佳乐' '中国医科大学口腔医学院,沈阳 110002; <sup>2</sup>中国医科大学口腔医学院口腔材料学教 研室,中国医科大学附属口腔医院修复二科,沈阳 110002 通信作者:付佳乐,Email; fullers@126.com

【摘要】 目的 研究不同存储条件下6种通用型粘接剂及喷砂条件对聚醚醚酮(PEEK)与复合 树脂之间粘接强度和耐久性的影响。方法 将PEEK 材料切割成 12个边长为 2 cm 的正方体试件。 对其中6个试件进行氧化铝喷砂处理。6种通用型粘接剂为:Tetric N-Bond Universal(TNU)、Single Bond Universal(SBU), DX.BOND UNI(DXB), Selective Etch Bond(SEB), Gluma Bond Universal(GBU), Prime & Bond Universal (PBU)。实验分为7组,每组包含4个喷砂面和4个未喷砂面。7种表面处理 方法分别为:不使用粘接剂(对照组)和6种通用型粘接剂(实验组:TNU组、SBU组、DXB组、SEB组、 GBU组、PBU组)。经表面处理后,将流动复合树脂F00注入透明模具并将其无压力置于试件表面 后进行光照固化。试件分别在37℃恒温水浴24 h或冷热循环3000次后进行剪切粘接强度测试。 使用松风 EveSpecial C-IV 口腔专用相机微距模式进行断面拍照并进行断裂模式分析。采用 SPSS 23.0 软件 Three-Way ANOVA(冷热循环、粘接剂与喷砂)与 Tukey 方法对各组数据进行统计分析 (α=0.05)。结果 24 h 水浴条件下, TNU 组分别获得不喷砂组(9.92±1.19) MPa 与喷砂组(9.97± 1.03) MPa 最高粘接强度;冷热循环3000次后PBU组分别获得不喷砂组(6.75 ± 0.99) MPa 与喷砂组  $(7.22 \pm 1.30)$  MPa最高粘接强度。三因素分析结果显示;冷热循环(F=3.045.429, P<0.001)、粘接剂 (F=361.165, P<0.001)与喷砂(F=80.050, P<0.001)可显著影响粘接强度;冷热循环与粘接剂(F=155.724, P < 0.001)、粘接剂与喷砂(F = 3.535, P = 0.002)、冷热循环与喷砂(F = 9.184, P = 0.003)两两 因素间分别具有交互作用;冷热循环、粘接剂与喷砂三因素间具有交互作用(F=12.392,P< 0.001)。结论 (1)喷砂有助于改善通用型粘接剂对复合树脂与PEEK 37 ℃恒温水浴 24 h 粘接强 度;(2)复合树脂与PEEK粘接强度在冷热循环3000次后显著降低;(3)本实验中PBU组粘接耐久性 优于其他粘接系统。

【关键词】 聚醚醚酮; 通用型粘接剂; 流动性复合树脂; 剪切粘接强度; 喷砂基金项目:中国医科大学大学生创新创业训练计划(1111251314)

**引用著录格式:**庞菲菲,刘俊杰,于子航,等.不同表面处理方式对聚醚醚酮与复合树脂粘接性能的影响[J/OL].中华口腔医学研究杂志(电子版),2022,16(2):74-81.

DOI: 10.3877/cma.j.issn.1674-1366.2022.02.002

# Effect of different surface treatments on the bonding performance between polyetheretherketone and composite resin

Pang Feifei<sup>1</sup>, Liu Junjie<sup>1</sup>, Yu Zihang<sup>1</sup>, Wu Xiaojie<sup>1</sup>, Zhang Xinyu<sup>1</sup>, Zhan Desong<sup>2</sup>, Fu Jiale<sup>2</sup>

<sup>1</sup>School of Stomatology, China Medical University, Shenyang 110002, China; <sup>2</sup>Department of Dental Materials, School of Stomatology, China Medical University, The Second Department of Prosthodontics, China Medical University Hospital of Stomatology, Shenyang 110002, China

Corresponding author: Fu Jiale, Email: fullers@126.com

[Abstract] Objective To evaluate the effect of six universal adhesives and sandblasting on the bond strength and durability between polyetheretherketone (PEEK) and composite resin under different storage conditions. Methods A PEEK disk was cut into twelve cube specimens with the side length of 2 cm. Six specimens were sandblasted with alumina. The six universal adhesives are: Tetric N-Bond

Universal (TNU), Single Bond Universal (SBU), DX.BOND UNI (DXB), Selective Etch Bond (SEB), Gluma Bond Universal (GBU) and Prime & Bond Universal (PBU). The experiment was divided into seven groups with four sandblasted surfaces and four unsandblasted surfaces in each group. Seven surface treatments were: no adhesive applied (control group) and six brands of universal adhesive (experimental groups: TNU group, SBU group, DXB group, SEB group, GBU group and PBU group). After surface preparation, the flowable composite resin F00 was injected into a transparent mold on the specimen surface without pressure for light-curing. The shear bond strength (SBS) test was carried out after water storage (37 °C, 24 h) and thermocycling (3000 times). The photograph and fracture mode analysis were performed using Tele-macro mode of Shofu EyeSpecial C-IV dental camera. The data from SBS were analyzed by using Three-Way ANOVA (thermocycling, adhesive and sandblasting), and Turkey ( $\alpha$  = 0.05). Results After water storage, the highest bond strength was achieved by the TNU in the nonblasting group (9.92 ± 1.19) MPa and the sandblasting group (9.97 ± 1.03) MPa, respectively; After 3000 times thermocycling, the best bonding performance was achieved by PBU in the non-blasting group  $(6.75 \pm$ 0.99) MPa and the sandblasting group (7.22 ± 1.30) MPa, respectively. The Three-Way ANOVA analysis indicated that the SBS was significantly affected by thermocycling (F = 3.045.429, P < 0.001), adhesive (F = 361.165, P < 0.001) and sandblasting (F = 80.050, P < 0.001); There was significant interaction between the three factors; thermocycling and adhesive (F = 155.724, P < 0.001), adhesive and sand blasting (F = 3.535, P = 0.002), as well as thermocycling and sandblasting (F = 9.184, P = 0.003). The interaction among thermocycling, adhesive and sand blasting was significantly different (F = 12.392, P <0.001). Conclusions (1) The bond strength of the universal adhesive between composite resin and PEEK was significantly improved by sandblasting after 37 °C water storage for 24 h; (2) The bond strength between composite resins and PEEK significantly decreased after thermocycling for 3000 times; (3) The bonding durability of PBU was superior to other universal adhesives in the present study.

**[Key words]** Polyetheretherketone (PEEK); Universal adhesives; Flowable composite resin; Shear bond strength; Sandblasting

**Fund program:** Innovation and Entrepreneurship Rraining Program for College Students of China Medical University (1111251314)

DOI: 10.3877/cma.j.issn.1674-1366.2022.02.002

随着美学修复的发展,非金属修复材料越来越多地应用于口腔修复领域。其中聚醚醚酮(polyetheretherketone, PEEK)材料因具有良好的力学性能、化学稳定性、电绝缘性、生物相容性和抗菌性。自前已在颌面外科、正畸及种植等口腔医学领域中得以应用。在口腔修复领域中, PEEK材料可用于制作基底冠、固定桥等[5-6]。但是,由于PEEK的疏水惰性,其与树脂间的粘接强度常常难以满足临床需求[7]。在口腔修复领域粘接修复的临床实践中,粘接前表面预处理、酸蚀模式和涂布方法等都可能影响粘接界面的粘接强度[8]。口腔环境中存在温差且咬合力复杂多变,粘接耐久性也是衡量树脂粘接修复性能的重要指标[9]。

目前,PEEK材料的表面处理方法可以分为两大类:表面粗化(酸蚀、喷砂等)和表面改性[10-13]。喷砂由于操作安全简便被临床广泛使用;另一方面,通用型粘接剂作为一步法自酸蚀粘接剂,具有操作

简便、性能优异及适用范围广等特点,已广泛应用于口腔临床疾病的治疗<sup>[14]</sup>。然而,关于喷砂与不同种类通用型粘接剂对PEEK材料粘接强度与耐久性影响的相关报道较少。

为探究PEEK材料作为底冠材料与聚合瓷等树脂材料的实际粘接表现,本课题组通过测试PEEK试件与树脂小柱的剪切粘接强度(shear bond strength,SBS)来评估是否喷砂及冷热循环前后6种通用型粘接剂的体外实验表现。本研究的3个实验假设为:(1)6种粘接剂的粘接强度无统计学区别;(2)冷热循环对SBS无影响;(3)喷砂对SBS无影响。

# 材料与方法

#### 一、材料与试剂

本实验中的6种通用型粘接剂为:Tetric N-Bond Universal(TNU,义获嘉,列支敦士登)、Single Bond Universal(SBU,3M,美国)、DX.BOND UNI(DXB,

吉林省登泰克牙科材料有限公司)、Selective Etch Bond(SEB, Mani, 日本)、Gluma Bond Universal(GBU, 贺利氏,德国)、Prime & Bond Universal(PBU,登士柏,美国);流动性复合树脂为: Beautiful Flow Plus F00(F00, 松风, 日本)、PEEK盘(BioPAEK口腔仿生材料,吉林省登泰克牙科材料有限公司)。通用型粘接剂和流动性复合树脂的成分见表1。

#### 二、实验方法

1. PEEK 试件制备:利用计算机辅助设计与制作(CAD/CAM)设备将 PEEK 材料切割成 12 个边长为 2 cm 的正方体试件。对其中6个试件进行氧化铝喷砂处理(氧化铝颗粒直径110 μm、喷砂距离 10 mm、压强 0.35 MPa、时间 15 s),每个试件的6个面均用温

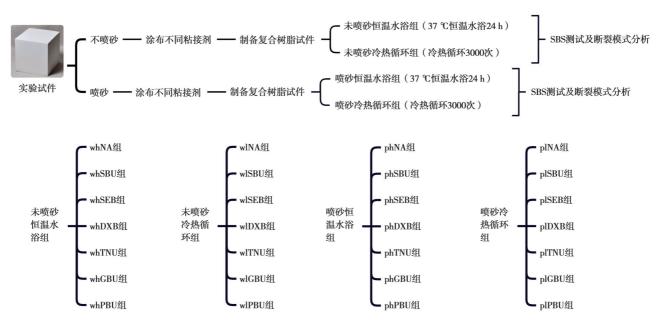
和的纯净水流以垂直于小块表面的方向冲洗20s, 风吹20s,保持干燥备用。

2. 实验分组:实验分为7组,每组各随机选取4个喷砂面和4个未喷砂面,7组分别应用7种粘接剂处理条件:不使用粘接剂(对照组:NA组)和分别使用6种粘接剂(实验组:TNU组、SBU组、DXB组、SEB组、GBU组、PBU组)。每组均包含4个亚组:(1)未喷砂恒温水浴组;(2)未喷砂冷热循环组;(3)喷砂恒温水浴组;(4)喷砂冷热循环组。每个亚组使用2个面进行实验,共分为28个亚组(56个面)。所有组别按照表面处理方法分为无喷砂组与喷砂组,按照水浴处理方式分为冷热循环组和恒温水浴组。实验流程及分组方法见图1。

表1	通用型粘接剂与复合树脂的名称及其主要成分

粘接剂/复合树脂名称(缩写)	Lot码	主要成分
Single Bond Universal(SBU)	41453	10-MDP, HEMA, Bis-GMA, 光引发剂, 硅烷偶联剂
Selective Etch Bond(SEB)	20190004679	磷酸酯,羧酸酯,甲基丙烯酸酯,光引发剂,热解硅酸
DX.BOND UNI(DXB)	BJBAFA	10-MDP, HEMA, 二甲基丙烯酸酯, 磷酸二(2-丙烯酰氧基丙二醇) 酯, 对羟基苯甲醚, CQ
Tetric N-Bond Universal(TNU)	Y16359	HEMA, 10-MDP, Bis-GMA, DDDMA, MCAP, UDMA, 超细二氧化硅, EDB, DMAEMA,
		CQ,BHT,MEHQ,磷酸丙烯酸,GPDM
Gluma Bond Universal(GBU)	63450	UDMA,10-MDP,4-META,DTBHQ,BHT,EDB,乙基纤维,CQ
Prime & Bond Universal(PBU)	200500031	10-MDP, PENTA, BADEP, BAABE, CQ
Beautiful Flow Plus F00(F00)	042179	Bis-GMA,二甲基丙烯酸酯,钛酸酯耦合材,微粒子硅酸,氧化铝,二氧化硅

注:Lot码:产品生产批号。10-MDP:10-甲基丙烯酰氧癸基二氢磷酸酯;HEMA:甲基丙烯酸β-羟乙酯;Bis-GMA:双酚-A-甲基丙烯酸缩水甘油酯;DDDMA:1,10-葵二醇二甲基丙烯酸酯;MCAP:甲基丙烯酸酯改性聚丙烯酸;UDMA:氮基甲酸酯双甲基丙烯酸酯;EDB:对二甲氮基苯甲酸乙酯;DMAEMA:甲基丙烯酸二甲胺乙酯;CQ:樟脑醌;BHT:2,6-二叔丁基对甲酚;MEHQ:对甲氧基苯酚;GPDM:二甲基丙烯酸甘油磷酸酯;4-META:4-甲基丙烯酰氧乙基偏苯三酸酐;DTBHQ:2,5-二特丁基对苯二酚;PENTA:双季戊四醇五丙烯酸酯磷酸酯;BADEP:N,N′-双丙烯酰胺基-N,N′二乙基-1,3-丙烷;BAABE:N,N′-双丙烯酰基-N,N′-双烯丙基-1,4丁基-2-二胺。



**图1** 不同粘接剂及喷砂条件对聚醚醚酮(PEEK)与复合树脂之间粘接强度和耐久性影响的实验流程及实验分组示意图 SBS为剪切粘接强度,p表示喷砂,w表示未喷砂,h表示恒温水浴,l表示冷热循环。

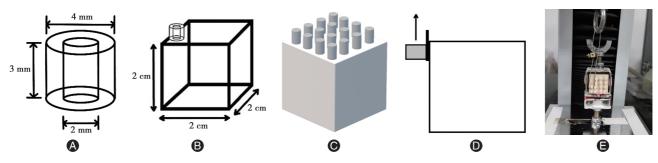


图 2 复合树脂试件制备流程与测试方法示意图 A:透明模具;B:注入复合树脂并光照;C:取下模具;D:垂直方向牵拉树脂小柱进行剪切测试;E:测试进行中(单位:N)。

涂布粘接剂时以粘接剂瓶身垂直于试件表面方向滴2滴粘接剂,用毛刷均匀涂布在试件表面10s,用无水、无油的三用枪将粘接剂吹成均匀薄层,风吹15s,使用LED光固化灯(Kerr Demi Plus; Kerr,美国)光固化10s。

3. 复合树脂试件制备与SBS测试:准备内径为2 mm、外径为4 mm、高度为3 mm 的圆柱型模具(PVC塑料管)。模具无压力置于经过不同表面处理后的PEEK试件表面,每面放置16个,将复合树脂注入模具内,使用LED光固化灯光固化20 s 后脱模。依据分组分别处理28个实验试件,取恒温水浴组试件置于37℃恒温水浴锅(Polystat, Colle-Parmer,美国)水储24 h 后进行SBS测试,冷热循环组试件置于冷热循环机(SD Mechatronik,德国)进行冷热循环3000次(5℃和55℃水中各停留30 s,传递时间5 s,计为1次)处理后进行SBS测试。

将水浴后的试件固定于多功能测试仪(WDS-200型,1 mm/min,温州韦度电子有限公司)上,使试件位于加载头垂直下方,加载头尽量贴近树脂小柱根部,垂直牵拉树脂小柱(图2D),直至试件脱落。每组样本数为32,将测试结果按降序排列后,分别去除8个最高值与8个最低值后作为样本测试结果(n=16)<sup>[15]</sup>。具体操作流程见图2。SBS计算公式如下

#### P = F/S.

式中,P为试件的剪切粘接强度,单位为MPa;F为树脂小柱剪切过程中的最大载荷,单位为N;S为透明模具横截面内的粘接面积,单位为mm²。

4. 断裂界面类型分析:使用松风 EyeSpecial C-IV口腔专用相机微距模式进行断面拍照并进行断裂模式分析,按照 ARI 分类方法,根据断裂界面形态,将断裂模式分为3类[16-17]:(1) Ⅰ类:PEEK 试件表面残留树脂面积≤粘接面积的10%;(2)Ⅱ类:粘

接面积的10% < PEEK 试件表面残留树脂面积≤粘接面积的30%;(3) Ⅲ类: PEEK 试件表面残留树脂面积>粘接面积的30%。

## 三、统计学处理方法

实验数据采用 SPSS 23.0 软件进行统计学分析。对冷热循环组、粘接剂组和喷砂组三组数据进行单因素方差分析,若方差齐采用 Tukey 法对结果进行两两比较,若方差不齐采用 Games-Howell 法进行比较。使用三因素方差分析法(Three-Way ANOVA)分析冷热循环、粘接剂和喷砂 3 个变量对 SBS 的影响以及三者之间的交互作用。P<0.05 为差异具有统计学意义。

#### 结 果

# 一、剪切粘接强度测试结果

37 ℃恒温水浴 24 h 条件下,TNU组 SBS 平均值 高于其他组(P < 0.05);  $5 \sim 55$  ℃冷热循环 3000 次后,PBU组 SBS 平均值显著高于其他组(P < 0.05); 除 PBU组外,其他组在冷热循环后的 SBS 结果均显著降低(P < 0.05); 除 whNA 组与 phNA组、whSEB组与 hpSEB组、wlTNU组与 plTNU组的 SBS 差异具有统计学意义(P < 0.05)以外,其余试件在相同粘接剂条件下喷砂与未喷砂的 SBS 差异无统计学意义(P > 0.05)。各组 SBS测试结果及差异见表 2。

### 二、断裂模式分析

断裂模式分析中可见,除PBU组有Ⅲ类断裂模式外,其他组的断裂模式均以Ⅰ类断裂模式为主,仅有少量Ⅱ类断裂模式。不同粘接剂条件下断裂模式分类见图3~4。

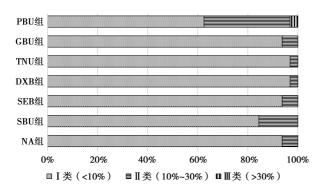
#### 三、断裂界面形态观察

本实验全部28个组均有 I 类断裂模式,且大部分以 I 类为主,即试件表面有很少复合树脂残余。各组典型断裂界面形态见图5~6。

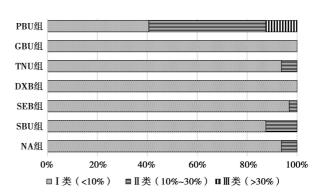
组别	NA组	SBU组	SEB组	DXB组	TNU组	GBU组	PBU组
未喷砂恒温水浴组(MPa)	$1.00 \pm 1.20^{\mathrm{Aa}}$	$6.76 \pm 0.76^{\rm Ba}$	$4.56 \pm 1.00^{\text{Ca}}$	$6.68 \pm 1.37^{\rm Ba}$	$9.92 \pm 1.19^{Da}$	$3.28 \pm 0.65^{\rm Ea}$	$7.11 \pm 1.09^{\text{Ba}}$
未喷砂冷热循环组(MPa)	$\mathbf{O}^{^{\mathrm{Aa}}}$	$0.97\pm1.17^{\scriptscriptstyle Ba}$	$\mathbf{O}^{\mathrm{Aa}}$	$O^{Aa}$	$\mathbf{O}^{\mathrm{Aa}}$	$\mathbf{O}^{^{\mathrm{Aa}}}$	$6.75 \pm 0.99^{c_a}$
F值	11.162	61.129	329.067	678.863	1099.208	407.875	0.941
P值	0.002	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.340
喷砂恒温水浴组(MPa)	$3.54 \pm 0.63^{Ab}$	$7.38 \pm 1.23^{\text{Ba}}$	$5.82 \pm 0.98^{\text{Cb}}$	$8.28 \pm 0.90^{\rm Ba}$	9.97 ± 1.03 <sup>Da</sup>	$3.58 \pm 0.56^{Aa}$	$7.99 \pm 1.18^{\text{Ba}}$
喷砂冷热循环组(MPa)	$\mathbf{O}^{\mathrm{Aa}}$	$1.30\pm1.09^{\scriptscriptstyle Ba}$	$\mathbf{O}^{\mathrm{Aa}}$	$0.11 \pm 0.44^{\text{Aa}}$	$2.67 \pm 1.89^{\rm Cb}$	$\mathbf{O}^{\mathrm{Aa}}$	$7.22 \pm 1.30^{\rm Da}$
F值	503.944	321.824	563.351	511.237	183.470	655.019	3.104
P值	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.088

表2 不同粘接剂冷热循环前后剪切粘接强度差异(x±s)

注:同行内相同的大写字母角标表示数据差异无统计学意义(P>0.05);同列内相同小写字母表示相同水浴条件的未喷砂组和喷砂组数据差异无统计学意义(P>0.05);表格内P值表示同列内相同喷砂条件的恒温水浴组和冷热循环组数据差异。



**图3** 37 ℃恒温水浴组剪切粘接强度(SBS)测试后各组复合树脂试件断裂模式分析



**图4** 5~55 ℃冷热循环组剪切粘接强度(SBS)测试后各组复合树脂试件断裂模式分析

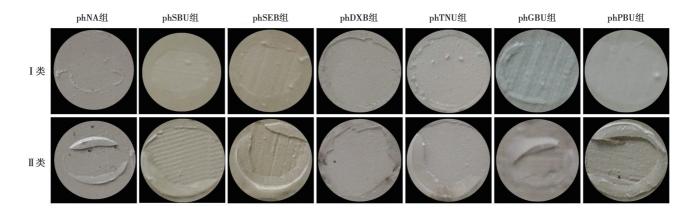


图5 喷砂恒温水浴组复合树脂试件的断裂面形态(松风 EyeSpecial C-IV 口腔专用相机微距模式)

### 四、三因素方差分析结果

三因素分析结果表明,冷热循环(F=3 045.429, P<0.001)、粘接剂(F=361.165, P<0.001)与喷砂(F=80.050, P<0.001)可显著影响PEEK与复合树脂粘接强度;三因素两两之间,冷热循环与粘接剂(F=155.724, P<0.001),冷热循环与喷砂(F=

9.184, P = 0.003), 粘接剂与喷砂(F = 3.535, P = 0.002)均存在交互作用; 三因素间存在交互作用(F = 12.392, P < 0.001)。

## 讨 论

本实验所用的通用型粘接剂中,SBU、SEB、DXB、

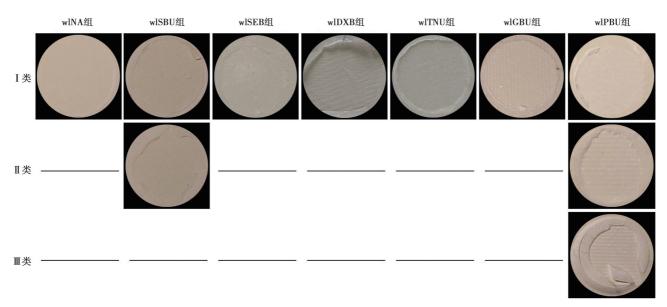


图6 未喷砂冷热循环组复合树脂试件的断裂面形态(松风 EyeSpecial C-IV 口腔专用相机微距模式)

TNU为含有HEMA单体的亲水性粘接剂,GBU、PBU为疏水性粘接剂。通用型粘接剂常以10-甲基丙烯酰癸基二氢磷酸酯(10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate,10-MDP)作为粘接功能单体<sup>[18]</sup>,但不同厂家的粘接剂粘接功能单体成分或所占比例略有差异(表1)。有研究报道,浓硫酸酸蚀PEEK表面可提高其粘接效能<sup>[19-20]</sup>,但关于自酸蚀粘接剂与PEEK之间的粘接效果鲜有文献报道。本实验中应用6种通用型粘接剂的实验结果显示:在不同实验条件下6种通用型粘接剂粘接强度差异有统计学意义。由此实验假设1:6种粘接剂的粘接强度差异无统计学意义不成立。

通用型粘接剂成分繁杂,各功能单体之间存在相互影响<sup>[21-22]</sup>,成分的差异可能是影响界面 SBS 的原因。TNU中因为含有 GPDM 作为稀释剂,提高了其流动性,容易润湿牙体或修复体表面,流入微小凹陷孔隙中,补偿流动性差的树脂所不能进入的微小区域,这可能是 TNU 组获得较好的粘接效果的原因之一。

本实验中使用流动性复合树脂小柱与PEEK试件表面粘接的方式模拟临床上树脂材料与基底冠的结合,以冷热循环实验来模拟口腔温度变化<sup>[23]</sup>,以便真实反映常规状态下材料的使用寿命。高温状态下,聚合的树脂高分子链热降解,基团脱落;而低温时,高聚物链段发生微布朗运动,使其凝聚态结构经历从非平衡态过渡的弛豫过程,力学性能受影响<sup>[24]</sup>。本实验中,因PEEK材料、粘接剂和复合树脂之间热膨胀系数存在差异,导致冷热循环时界面

处发生反复的膨胀、收缩而产生应力,使粘接界面产生裂纹和间隙<sup>[25]</sup>,粘接强度显著降低;通用型粘接剂与流动性复合树脂材料的基质成分相同,膨胀系数相似,与PEEK材料相比具有更好的结合,这与各组均出现大量 I 类断裂模式的结果相符(图4)。冷热循环后,除PBU组外各组粘接强度较恒温水浴条件下均明显降低。因此实验假设2:冷热循环对粘接强度无影响被部分否定。

多项研究表明,喷砂可有效增大粘接面积进而提高粘接强度<sup>[26-27]</sup>。尽管wlNA组和plNA组粘接强度均为零,但phNA组与phSEB组粘接强度仍分别显著高于whNA组和whSEB组,且TNU组喷砂后较未喷砂者的粘接耐久性显著提高。因此实验假设3;喷砂对粘接强度无影响被部分否定。

恒温水浴条件下,TNU组的粘接面断面较其他组有更多树脂残留,该结果表明TNU与试件粘接面结合紧密,因此获得较高的粘接强度;冷热循环后粘接强度显著下降,可能系TNU中的亲水基团HEMA吸水导致粘接界面老化进而引发粘接强度下降[28-29]。而PBU为不含HEMA的疏水性粘接剂,在冷热循环过程中保持了PEEK与复合树脂间良好的粘接稳定性,因而PBU组的试件保留了较强的粘接强度。PBU中含有的PENTA成分与10-MDP相似,借助不饱和烯键发挥与树脂之间的粘接作用[30];喷砂增加了PEEK与PBU接触面积,提高了粘接强度,因此在phPBU组和plPBU组PEEK试件剪切后断面上出现更多的树脂残留,即出现Ⅲ类断裂模式。而其他组高分子链断裂严重,粘接面结合丧失,大多

呈现 I 类断裂模式。该结果表明,对于 PEEK 材料与复合树脂粘接而言,PBU 粘接性能优于其他品牌通用型粘接剂。

本实验证明,对PEEK表面进行喷砂及粘接剂处理可以提升其与复合树脂的粘接强度,其中使用PBU可获得最佳粘接强度。这些结果可作为临床应用的参考依据。需要注意的是,本实验只进行了体外测试,对于在临床实际应用条件下的粘接效果尚待深入研究。

结论: (1) 喷砂有助于改善通用型粘接剂对复合树脂与PEEK 37 ℃水浴 24 h粘接强度;(2)复合树脂与PEEK 粘接强度在冷热循环 3 000 次后显著降低;(3)本实验中PBU 组粘接耐久性优于其他粘接系统。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

作者贡献声明 庞菲菲负责论文撰写修正,刘俊杰、于子航、吴小婕 各自负责实验操作的相关部分,张昕宇负责数据整理,战德松、付佳 乐负责审校

#### 参考文献

- [1] 邱鹏,傅琪淋,刘敏,等. 聚醚醚酮、二氧化锆和纯钛基台材料表面口腔微生物黏附的对比[J]. 中国组织工程研究, 2022,26 (4):540-545. DOI:10.12307/2022.089.
- [2] 冀堃,朱顶贵,陆伟,等. 聚醚酮酮数字化乳牙早失间隙保持器的临床应用观察[J/OL]. 中华口腔医学研究杂志(电子版), 2019,13(6):368-372. DOI:10.3877/cma.j.issn.1674-1366.2019. 06.008.
- [3] Stawarczyk B, Beuer F, Wimmer T, et al. Polyetheretherketonea suitable material for fixed dental prostheses?[J]. Biomed Mater Res B Appl Biomater, 2013, 101(7):1209-1216. DOI:10.1002/jbm.b.32932.
- [4] 袁波,成沁雯,朱向东,等. 生物医用聚芳醚酮材料研究进展 [J]. 华西医学, 2018, 33(9): 1053-1060. DOI: 10.7507/1002-0179.201808064.
- [5] 陈曦,于海洋. 聚醚醚酮在口腔种植与修复领域的研究进展 [J]. 国际口腔医学志, 2018, 45(6):657-665. DOI:10.7518/gjkq.2018.06.007.
- [6] Zoidis P, Bakiri E, Polyzois G. Using modified polyetheretherketone (PEEK) as an alternative material for endocrown restorations: A short-term clinical report[J]. J Prosthet Dent, 2017, 117 (3):335-339. DOI:10.1016/j.prosdent.2016.08.009.
- [7] 吴彧,晏奇,施斌. 酸蚀及粘结剂对聚醚醚酮粘结强度的影响 [J]. 口腔医学研究, 2017, 33(8):811-815. DOI: 10.13701/j. cnki.kqyxyj.2017.08.003.
- [8] 许屹立,于皓. 通用型粘接剂对牙体组织粘接效果影响因素的研究进展[J]. 口腔疾病防治,2022,30(1):68-72. DOI:10. 12016/j.issn.2096-1456.2022.01.012.
- [9] Hashimoto M, Fujita S, Kaga M, et al. In vitro durability of one-

- bottle resin adhesives bonded to dentin[J]. Dent Mater J, 2007, 26(5):677-686. DOI:10.4012/dmj.26.677.
- [10] Tsuka H, Morita K, Kato K, et al. Effect of laser groove treatment on shear bond strength of resin-based luting agent to polyetheretherketone (PEEK) [J]. J Prosthodont Res, 2019, 63 (1):52-57. DOI:10.1016/j.jpor.2018.08.001.
- [11] Jahandideh Y, Falahchai M, Pourkhalili H. Effect of surface treatment with Er: YAG and CO<sub>2</sub> lasers on shear bond strength of polyether ether ketone to composite resin veneers [J]. J Lasers Med Sci, 2020,11(2):153-159. DOI:10.34172/jlms.2020.26.
- [12] Shah MB, Ferracane JL, Kruzic JJ. R-curve behavior and toughening mechanisms of resin-based dental composites: Effects of hydration and post-cure heat treatment[J]. Dent Mater, 2009, 25(6):760-770. DOI:10.1016/j.dental.2008.12.004.
- [13] Rosentritt M, Preis V, Behr M, et al. Shear bond strength between veneering composite and PEEK after different surface modifications [J]. Clin Oral Investig, 2015, 19 (3): 739-744. DOI:10.1007/s00784-014-1294-2.
- [14] 朱轩言,朱松. 提高通用粘接剂与牙本质粘接性能的研究进展 [J]. 口腔医学研究, 2021, 37(10): 883-885. DOI: 10.13701/j. cnki.kqyxyj.2021.10.004.
- [15] 李轲,郑适泽,陈玥,等. 树脂水门汀与氧化锆陶瓷剪切粘接强度的研究[J/OL]. 中华口腔医学研究杂志(电子版), 2019,13 (4):212-217. DOI:10.3877/cma.j.issn.1674-1366.2019.04.004.
- [16] 印准,战德松,付佳乐. 表面应用粘接剂、底涂剂对锆瓷与树脂水门汀粘接强度的影响[J]. 华西口腔医学杂志,2020,38(4):376-379. DOI:10.7518/hxkq.2020.04.004.
- [17] 王万锋,徐正一,李家硕,等.不同酸蚀模式对新型窝沟封闭剂在牙釉质表面粘接耐久性的影响[J/OL].中华口腔医学研究杂志(电子版),2021,15(5):284-291.DOI:10.3877/cma.j.issn.1674-1366.2021.05.005.
- [18] Vasconcelos E Cruz J, Polido M, Brito J, et al. Dentin bonding and SEM analysis of a new experimental universal adhesive system containing a dendrimer [J]. Polymers (Basel), 2020, 12 (2):461. DOI:10.3390/polym12020461.
- [19] Keul C, Liebermann A, Schmidlin PR, et al. Influence of PEEK surface modification on surface properties and bond strength to veneering resin composites [J]. Adhes Dent, 2014, 16(4): 383-392. DOI:10.3290/j.jad.a32570.
- [20] Adem N, Bal B, Kazazoğlu E. Comparative study of chemical and mechanical surface treatment effects on the shear bond strength of polyether-ether-ketone to veneering resin [J]. Int J Prosthodont, 2021. DOI:10.11607/ijp.6938.
- [21] Passia N, Mitsias M, Lehmann F, et al. Bond strength of a new generation of universal bonding systems to zirconia ceramic [J]. Mech Behav Biomed Mater, 2016, 62: 268-274. DOI: 10.1016/j. jmbbm.2016.04.045.
- [22] Stawarczyk B, Jordan P, Schmidlin PR, et al. PEEK surface treatment effects on tensile bond strength to veneering resins [J]. Prosthet Dent, 2014, 112 (5): 1278 - 1288. DOI: 10.1016/j. prosdent.2014.05.014.

- [23] Mathew M, Parameswaran Nair EK, Krishnan K. Bonding agent is a decisive factor in determining the marginal leakage of dental composites subjected to thermal cycling: An in vitro study [J]. J Oral Rehabil, 2001, 28 (1): 68-77. DOI: 10.1046/j.1365-2842. 2001.00609.x.
- [24] Wang Y, Wang C, Zhang Z, et al. Effect of nanoparticles on the morphology, thermal, and electrical properties of low-density polyethylene after thermal aging [J]. Nanomaterials (Basel), 2017,7(10):320. DOI:10.3390/nano7100320.
- [25] de Munck J, van Landuyt K, Coutinho E, et al. Micro-tensile bond strength of adhesives bonded to Class-I cavity-bottom dentin after thermo-cycling[J]. Dent Mater, 2005, 21 (11): 999-1007. DOI:10.1016/j.dental.2004.11.005.
- [26] 李贝贝, 邸萍. CAD/CAM 钛合金表面处理工艺联合树脂粘接剂对硬质复合树脂粘接强度和耐久性的影响[J]. 北京大学学报(医学版), 2019,51(1):111-114. DOI:10.19723/j.issn.1671-167X.2019.01.020.

- [27] 施巧蕊,徐鑫,于皓,等. 不同表面处理对 Bio-HPP与 PMMA 粘结强度影响的研究[J]. 口腔医学研究, 2020,36(3):226-229. DOI:10.13701/j.cnki.kqyxyj.2020.03.009.
- [28] Takahashi M, Nakajima M, Hosaka K, et al. Long-term evaluation of water sorption and ultimate tensile strength of HEMA-containing/-free one-step self-etch adhesives [J]. J Dent, 2011,39(7):506-512. DOI:10.1016/j.jdent.2011.04.008.
- [29] Nishitani Y, Yoshiyama M, Hosaka K, et al. Use of Hoy's solubility parameters to predict water sorption/solubility of experimental primers and adhesives [J]. Eur J Oral Sci, 2007, 115(1):81-86. DOI:10.1111/j.1600-0722.2007.00430.x.
- [30] 卢枳岑,陈莹,谢海峰,等. 磷酸酯单体 PENTA 与牙科氧化锆陶瓷结合的化学证据[J]. 口腔医学, 2018,38(3):217-221. DOI:10.13591/j.cnki.kqyx.2018.03.006.

(收稿日期:2022-02-10) (本文编辑:王嫚)