

# 抛光材料的粒度对复合树脂表面粗糙度及润湿性的影响

张瑞鑫 马兆峰

(中国医科大学北京顺义医院口腔科, 顺义 101300)

**【摘要】** 目的 比较抛光材料的粒度对3种复合树脂粗糙度及表面润湿性的影响。方法 选择3种复合树脂材料,分别为Filtek Z100(A组),Charisma(B组)和Clearfil AP-X(C组),采用不同粒度的抛光材料(Sof-Lex™ Extra Thin 抛光彩碟),随机分组抛光,然后,检测表面粗糙度(Ra)及接触角,并进行统计学分析。结果 随抛光彩碟粒度减小,3种材料的Ra值均逐渐减小,精细粒度抛光组的接触角显著低于3个较粗粒度抛光组( $P<0.05$ );3种材料在相同抛光材料粒度处理后,Ra显著不同( $P<0.05$ ):A组<B组<C组,同时,A组的接触角明显高于B组和C组( $P<0.05$ )。结论 复合树脂的表面粗糙度及润湿性与材料种类和抛光材料的粒度相关。

**【关键词】** 复合树脂 表面粗糙度 润湿性 抛光材料 粒度

DOI: 10.11752/j.kqcl.2014.02.09

## Effects of grits on surface roughness and wettability of composite resin materials

Zhang Ruixin, Ma Zhaofeng

(Department of Stomatology, Beijing Shunyi Hospital of China Medical University, Shunyi 101300)

**【Abstract】** **Objective** To compare the effects of polishing grits on surface roughness and wettability of three composite resin materials. **Methods** After Filtek Z100 (3M ESPE, America) (group A), Charisma (Heraeus Kulzer, Germany) (group B) and Clearfil AP-X (Kurary, Japan) (group C) cured, these samples were divided into 4 groups to be polished with different polishing grits discs (Sof-Lex™ Extra Thin (3M ESPE, St Paul, MN, America)) at random. Then, surface roughness and contact angle were determined with profilometer and contact angle measurement. At last, data were analyzed and compared by SPSS. **Results** Ra values of three materials gradually decreased with the decrease of polishing grits size, The super fine group (SF) showed the lowest contact angle value than the other coarse grit groups ( $P<0.05$ ). Using the same polishing grits, Ra values were different according to materials ( $P<0.05$ ): group A < group B < group C. Meanwhile, group A had higher contact angle value than group B and group C ( $P<0.05$ ). **Conclusions** Surface roughness and contact angle of composite resin materials were influenced by the grits size of polishing materials.

**【Key words】** Composite resin Surface roughness Wettability Polishing materials Grits

作为牙体修复材料,临床上要求复合树脂具有良好的功能和美观效果。随着材料学的发展,复合树脂在硬度、耐磨性等机械性能和色彩适应性上已得到了长足的发展<sup>[1]</sup>(Wakefield, 2001 #155)。

临床医师在使用复合树脂进行直接粘接修复后,需要通过修形和抛光来实现修复材料表面的形态和光滑程度的要求。存在于口腔环境中的复合树脂,很快即被各种唾液蛋白所覆盖,形成获得性薄膜,口内细菌可以通过粘附聚集,在其表面形成成熟菌斑,从而导致龋的发生。

基金项目:首都医学发展科研基金资助项目(编号2009-3253)

通信作者:张瑞鑫, E-mail: zhangruixin1982@sina.cn

一个表面光滑的复合树脂材料,不仅能够获得良好的美观效果,还能够减少菌斑粘附,进而减少继发龋和牙龈刺激的发生<sup>[2]</sup>。菌斑在修复体表面的形成与许多因素有关,除了细菌自身的表面性能以外,修复体的表面粗糙度、表面能、表面电荷及表面亲水性/疏水性<sup>[3]</sup>、未反应的单体,材料释放氟,以及其他抗菌成分等均会影响菌斑附着<sup>[4]</sup>。研究发现,粗糙表面可为细菌提供更大的粘附面积,从而加速菌斑的粘附与定植<sup>[5]</sup>。而根据热力学定律,材料表面的润湿性,即亲水性/疏水性也会对细菌黏附产生影响<sup>[6,7]</sup>。本研究通过比较不同抛光材料的粒度,探讨其对3种复合树脂 Filtek Z100, Charisma 和 Clearfil AP-X 表面粗糙度及润湿性的影响,为临床工作提供指导。

## 1 材料和方法

### 1.1 分组与试件制备

设计3组实验,分别选择3种复合树脂,A组 Filtek Z100 (3M ESPE, America), B组 Charisma (Heraes Kulzer, Germany) 和 C组 Clearfil AP-X (Kuraray, Japan),分别放入预制聚四氟乙烯模具中(5×5×2mm<sup>3</sup>)。将材料分层填压,每层厚度约1mm,LED光固化灯(LEDition, Ivoclar vivadent)固化40s。最后一层表面覆盖聚酯条,并用载玻片挤压出多余材料,光固化40s。将待测试件置于37℃蒸馏水中恒温保存24h,以确保材料聚合反应完全。

### 1.2 试件抛光

采用 Sof-Lex™ Extra Thin (3M ESPE, St Paul, MN, America) 抛光彩碟对每种材料试件进行抛光,其中彩碟分为4组(每组n=5),它们分别为:粗抛光组(coarse, C),抛光粒度为55μm;中抛光组(medium, M),抛光粒度为55μm→40μm;细抛光组(fine, F),抛光粒度为55μm→40μm→24μm以及精细抛光组(super fine, SF),抛光粒度为55μm→40μm→24μm→8μm。每一步抛光均需消除前一步划痕,约需20~30s,保持同一操作力度。抛光结束后,流水冲洗,超声振荡3min,干燥,备测(图1)。

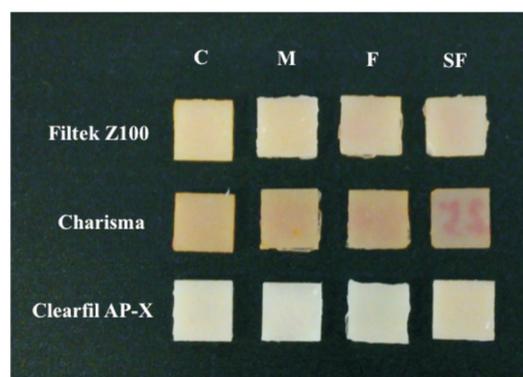


图1 抛光后的试样

### 1.3 表面粗糙度测量

采用表面轮廓仪(Surfest SJ-401; Mitutoyo, Kanagawa, 日本)对试样表面的粗糙度(Ra)进行测量。触针尖端直径2μm,压力0.75mN,速度0.5mm/s,取样长度4.0mm,波长(λ<sub>c</sub>)0.8mm,振幅(λ<sub>s</sub>)2.5μm。每个样本横向、竖向各测量3次,记录Ra值(μm)。

### 1.4 接触角测量

采用接触角测定仪(OCA20, DATAPHYS, 德国)测量试样表面与蒸馏水的接触角(contact angle, CA)。每个试样用同种液体各滴3次,每滴1μL,分别记录CA(°)。

### 1.5 统计学分析

使用SPSS 20.0软件进行统计学处理。单因素方差分析(One-Way ANOVA)不同材料抛光后的表面粗糙度和接触角(α=0.05),并应用LSD/Dunnett T3方法进行两两比较(α=0.05)。

## 2 结果

### 2.1 表面粗糙度

3种复合树脂经不同粒度的抛光材料抛光后的表面粗糙度见表1。随抛光彩碟粒度减小,3种材料的Ra均减小,且差异均具有统计学意义(P<0.05);粗抛光后(C),3种材料表面Ra为1.73~2.19μm,材料之间的Ra值差异无统计学意义(P>0.05);中抛光组(M)、细抛光组(F)和精细抛光组(SF),3种材料的Ra值之间的差异均有统计学意义(P<0.05),即A组<B组<C组。

### 2.2 接触角

3种复合树脂经不同粒度的抛光材料抛光后

的接触角见表 2。3 种材料的接触角的变化范围在 65.805°~83.251° 之间, 其中精细抛光后的接触角均显著低于其他 3 个较粗抛光处理 ( $P<0.05$ ) 的

接触角, 而在相同抛光材料的粒度下, A 组的接触角均高于 B 组和 C 组 ( $P<0.05$ )。

表 1 各组材料表面粗糙度 Ra ( $\mu\text{m}$ ) ( $\bar{x} \pm s$ )

组别	A 组	B 组	C 组
C	2.071±0.694 <sup>ab</sup>	1.732±0.557 <sup>ab</sup>	2.193±0.435 <sup>ab</sup>
M	0.600±0.012 <sup>a*</sup>	0.730±0.012 <sup>b*</sup>	0.838±0.012 <sup>*</sup>
F	0.339±0.014 <sup>ak</sup>	0.438±0.024 <sup>bk</sup>	0.572±0.028 <sup>ck</sup>
SF	0.152±0.004 <sup>as</sup>	0.169±0.003 <sup>bs</sup>	0.191±0.003 <sup>cs</sup>

注: (1) <sup>a,b,c</sup> 不同字母表示同种表面处理, 不同材料之间的表面粗糙度差异有统计学意义 ( $P<0.05$ )

(2) <sup>\*,\*,k,s</sup> 不同符号表示同种材料进行不同表面处理, 表面粗糙度之间的差异有统计学意义 ( $P<0.05$ )

表 2 各组材料接触角 ( $^{\circ}$ ) ( $\bar{x} \pm s$ )

组别	A 组	B 组	C 组
C	83.027±3.201 <sup>ab</sup>	75.359±2.120 <sup>bc</sup>	74.786±2.107 <sup>bc</sup>
M	83.251±2.740 <sup>ab</sup>	76.216±6.480 <sup>bc</sup>	78.273±3.847 <sup>c*</sup>
F	82.671±0.339 <sup>ab</sup>	75.927±0.959 <sup>bc</sup>	73.719±0.643 <sup>cd</sup>
SF	75.253±0.777 <sup>a*</sup>	72.310±1.014 <sup>b*</sup>	65.805±1.416 <sup>ck</sup>

注: (1) <sup>a,b,c</sup> 不同字母表示同种表面处理, 不同材料之间的接触角差异有统计学意义 ( $P<0.05$ )

(2) <sup>\*,\*,k,s</sup> 不同符号表示同种材料进行不同表面处理, 接触角之间的差异有统计学意义 ( $P<0.05$ )

### 3 讨论

目前市场上可见的牙科复合树脂的品牌有百余种, 但是均由无机填料、有机基质和偶联剂 3 种主要成分组成。改变无机填料的种类、含量、粒度大小及分布对复合树脂的性能影响非常大。Filtek Z100 采用石英混合微填料, 填料含量为 85%, 填料粒径为 0.01~3.5 $\mu\text{m}$  不等, 在加强树脂耐久性与强度的同时, 能够保持良好的可抛光性和美观性。Charisma 为含有石英与玻璃 2 种类型混合填料的复合树脂, 填料粒径为 0.04~2.0 $\mu\text{m}$ , 包括粒径为 0.7 $\mu\text{m}$  的微玻璃填料和粒径为 0.04 $\mu\text{m}$  的石英填料, 但填料含量仅为 78%。Clearfil AP-X 为玻璃类填料复合树脂, 它的填料含量可高达 89%, 但填料粒径较大, 为 1~3 $\mu\text{m}$  的玻璃类混合填料。

本研究对 3 种不同复合树脂表面采用 Sof-Lex

序列抛光后的表面粗糙度进行了研究, 结果显示, 3 种材料分别经粗抛光、中抛光和细抛光后均表现为粗糙表面 (Ra 约大于 0.2 $\mu\text{m}$ ), 这可能是由于粗抛光用器械表面较为粗糙, 抛光后的材料表面主要为器械切割痕迹<sup>[2]</sup>。而精细抛光后, 3 种材料均可达到较为光滑的表面, 低于影响菌斑附着的临界粗糙度 (Ra 值 0.2 $\mu\text{m}$ )<sup>[8]</sup>。Filtek Z100 作为石英类混合填料复合树脂, 经 Sof-Lex 序列抛光后, 在精细抛光组所获得的 Ra 值明显低于另外 2 种填料的复合树脂, 可达 0.15 $\mu\text{m}$ , 而 Charisma 和 Clearfil AP-X 仅为 0.17 $\mu\text{m}$  和 0.19 $\mu\text{m}$ 。造成材料之间表面粗糙度差异的主要原因可能是材料的填料粒径不同。Filtek Z100 的填料粒径为 0.01~3.5 $\mu\text{m}$ , 而 Clearfil AP-X 的填料粒径高达 1~3 $\mu\text{m}$ 。材料抛光后, 较大的填料突出于树脂表面, 因此大颗粒复合树脂获得的表面粗糙度更高<sup>[9, 10]</sup>。此外, 填料种类及含量也会对抛光后复合树脂的表面粗糙度产生影

响。本研究中, Filtek Z100 和 Charisma 的填料粒径虽差别不大, 但抛光后, Charisma 的表面更为粗糙, 这可能是由于其填料中含有疏松多孔的玻璃颗粒所致<sup>[11,12]</sup>。Antonson<sup>[13]</sup> 和 Gonulol<sup>[14]</sup> 等认为, 填料含量高的树脂在抛光后, 更多的填料颗粒突出于材料表面, 形成的表面粗糙度大。本研究中, Clearfil AP-X 的填料含量高达 89%, 这可能是导致其表面粗糙度较高的原因之一。

本研究还测量了 3 种不同复合树脂在不同抛光条件下的接触角。菌斑在修复体表面附着时形成的获得性膜高度依赖于修复体的表面活性。材料表面润湿性, 即亲水性 / 疏水性的不同, 其表面细菌的黏附情况也有所不同<sup>[15]</sup>。本研究结果显示, 3 种材料的接触角均大于 65°, 为疏水性材料<sup>[16]</sup>。随抛光彩度减小, 接触角有减小趋势, 这可能是由于粗糙表面对润湿性的增强作用所致。Filtek Z100 在各抛光组中的接触角均最大, 这可能是因为 Filtek Z100 的石英类混合填料的疏水性高于另外 2 种含有玻璃颗粒的复合树脂。

#### 4 结论

综上所述, 复合树脂所能达到的表面粗糙度除了与材料种类有关以外, 与所用抛光材料的粒度密切相关, 而这又会对复合树脂的润湿性产生影响。虽然复合树脂在不同的抛光条件下表现出不同的表现粗糙度和润湿性, 但这是否会对表面细菌的附着产生影响及产生怎样的影响尚需进一步研究。

#### 参考文献

- 1 Wakefield CW, Kofford KR. Advances in restorative materials. *Dent Clin North Am*, 2001, 45(1):7~29.
- 2 Anusavice KJ, Antonson S. Finishing and polishing materials. *Phillip's science of dental materials*. 11 ed. St.Louis: Saunders, 2003: p. 351~377.
- 3 Mabboux F, Ponsonnet L, Morrier JJ, et al. Surface free energy and bacterial retention to saliva-coated dental implant materials--an in vitro study. *Colloids Surf B Biointerfaces*, 2004,39(4):199~205.
- 4 Buegers R, Eidt A, Frankenberger R, et al. The anti-adherence activity and bactericidal effect of microparticulate silver additives in composite resin materials. *Arch Oral Biol*, 2009,54(6):595~601.
- 5 Eick S GE, Brandl B. Adherence of *Streptococcus mutans* to various restorative materials in a continuous flow system. *J Oral Rehabil*, 2004,31(3):278~285.
- 6 Buegers R, Schneider-Brachert W, Hahnel S, et al. Streptococcal adhesion to novel low-shrink silorane-based restorative. *Dent Mater*, 2009,25(2):269~275.
- 7 Chandra J, Patel JD, Li J, et al. Modification of surface properties of biomaterials influences the ability of *Candida albicans* to form biofilms. *Appl Environ Microbiol*, 2005, 71(12):8795~8801.
- 8 Bollen CM, Lambrechts P, Quirynen M. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: a review of the literature. *Dent Mater*, 1997,13(4):258~269.
- 9 Silikas N, Kavvadia K, Eliades G, et al. Surface characterization of modern resin composites: a multitechnique approach. *Am J Dent*, 2005,18(2):95~100.
- 10 Endo T, Finger WJ, Kanehira M, et al. Surface texture and roughness of polished nanofill and nanohybrid resin composites. *Dent Mater J*, 2010,29(2): 213-223.
- 11 Reis AF, Giannini M, Lovadino JR, et al. Effects of various finishing systems on the surface roughness and staining susceptibility of packable composite resins. *Dent Mater*, 2003,19(1):12~18.
- 12 Uppal M, Ganesh A, Balagopal S, et al. Profilometric analysis of two composite resins' surface repolished after tooth brush abrasion with three polishing systems. *J Conserv Dent*, 2013,16(4):309~313.
- 13 Antonson SA, Yazici AR, Kilinc E, et al. Comparison of different finishing/polishing systems on surface roughness and gloss of resin composites. *J Dent*, 2011,39 Suppl 1:e9~17.
- 14 Gonulol N, Yilmaz F. The effects of finishing and polishing techniques on surface roughness and color stability of nanocomposites. *J Dent*, 2012,40 Suppl 2:e64~70.
- 15 Eick JD, Kotha SP, Chappelow CC, et al. Properties of silorane-based dental resins and composites containing a stress-reducing monomer. *Dent Mater*, 2007,23(8):1011~1017.
- 16 Vogler EA. Structure and reactivity of water at biomaterial surfaces. *Adv Colloid Interface Sci*, 1998,74:69~117.
- 17 郭朝维. 聚合物表面几何微结构与其浸润性研究. 北京: 中国科学院化学研究所; 2005.

(收稿日期: 2013-08-13 修回日期: 2013-09-27)