

DOI:10.3724/SP.J.1008.2012.01231

掺氮 $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ 薄膜托槽粘接强度的研究

王 璞¹, 曹宝成^{1*}, 王 婧¹, 曹 帅¹, 高 静¹, 王育华²

1. 兰州大学口腔医学院正畸科, 兰州 730000

2. 兰州大学物理科学与技术学院功能与环境材料研究所, 兰州 730000

[摘要] **目的** 研究掺氮 $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ 薄膜托槽的制备过程对粘接强度的影响。**方法** 应用磁控溅射法在普通金属托槽表面制备 $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ 薄膜得到掺氮 $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ 薄膜托槽, 将掺氮 $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ 薄膜托槽通入氮气后在 450°C 条件下退火处理 2 h 得到退火后掺氮 $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ 薄膜托槽。通过 X 射线衍射观察普通金属托槽及退火前、退火后掺氮 $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ 薄膜托槽表面结构, 通过扫描电镜 (SEM) 观察 3 种托槽网底形貌。将 60 颗因正畸需要已拔除的健康前磨牙按照 3 种托槽和 2 种储存条件 (室温蒸馏水、冷热循环) 随机分为 6 组, 每组 10 颗, 使用京津釉质粘合剂按要求粘接, 用电子万能材料试验机测试并记录所有托槽的剪切强度, 使用 SPSS 17.0 统计软件处理数据, 并对实验结果进行单因素方差分析。**结果** 掺氮 $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ 薄膜托槽表面为均一的锐钛矿相结构, 晶粒粒径为 30 nm。3 种托槽的底板网格清晰, 排列整齐, 无明显不同。冷热循环条件下的 3 种托槽粘接强度均低于室温蒸馏水保存下的托槽粘接强度 ($P < 0.01$), 同一处理条件下 3 种托槽的粘接强度差异无统计学意义 ($P > 0.05$)。**结论** 掺氮 $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ 薄膜托槽的粘接强度没有受到制备过程的影响, 能够满足临床正畸治疗需要。

[关键词] 正畸托架; 掺氮 TiO_2 薄膜; 粘接强度; 冷热循环

[中图分类号] O 484; R 783. 5 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 0258-879X(2012)11-1231-05

Study on bonding strength of nitrogen-doped $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ films to orthodontic brackets

WANG Pu¹, CAO Bao-cheng^{1*}, WANG Jing¹, CAO Shuai¹, GAO Jing¹, WANG Yu-hua²

1. Department of Orthodontics, School of Stomatology, Lanzhou University, Lanzhou 730000, Gansu, China

2. Institute of Functional and Environmental Materials, School of Physical Science and Technology, Lanzhou University, Lanzhou 730000, Gansu, China

[Abstract] **Objective** To evaluate the effect of preparation process on the bonding strength of the nitrogen-doped $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ films on brackets. **Methods** Radio frequency magnetron sputtering was used to prepare nitrogen-doped $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ films on the surface of stainless steel brackets. Post annealing was performed on $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ films at 450°C in nitrogen atmosphere for 2 h. The structures and surface morphologies of 3 types brackets, ordinary stainless steel brackets, nitrogen-doped $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ films on brackets before annealing and the brackets after annealing, were evaluated by X-ray diffraction. The base plate of brackets was observed by scanning electron microscopy (SEM). The three types of brackets were also divided into 2 groups according to storing methods: distilled water at room temperature and thermal cycling. Sixty extracted human premolars (due to orthodontic demand) were bonded with 6 kinds of brackets using Jing-Jin enamel adhesive ($n = 10$). All bonded specimens were tested on electronic universal testing machine to determine the bond strength. The data were analyzed by SPSS 17.0 software and the results were analyzed by one-way ANOVA. **Results** The $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ thin films on brackets were in anatase phase, with the grain size being 30 nm. The base plates of 3 brackets were clear and well-organized, with no obvious differences. One-way ANOVA test showed that the bond strength of the brackets was significantly decreased after thermal cycling ($P < 0.01$), and there were no significant differences among the 3 groups with the same storing methods ($P > 0.05$). **Conclusion** The bonding strength of the nitrogen-doped $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ films on brackets is not influenced by the preparation process, and can meet the demand of clinical orthodontic application.

[收稿日期] 2012-06-04 **[接受日期]** 2012-11-01

[基金项目] 中央高校基本科研业务费专项资金 (lzujbky-2010-83), 甘肃省国际科技合作基金 (090WCGA903). Supported by the Fundamental Research Funds for the Central Universities (lzujbky-2010-83) and International Technology Cooperation Fund of Gansu Province (090WCGA903).

[作者简介] 王 璞, 硕士生. E-mail: brandy.pu@hotmail.com

* 通信作者 (Corresponding author). Tel: 0931-8915062-8301, E-mail: caobch@lzu.edu.cn

[Key words] orthodontic brackets; nitrogen-doped $TiO_{2-x}N_x$ films; bonding strength; thermal cycling

[Acad J Sec Mil Med Univ, 2012, 33(11): 1231-1235]

托槽是固定矫治技术中的核心装置,但托槽的复杂结构易影响牙齿的自洁能力,致使菌斑在托槽周围积聚,造成口腔局部 pH 值下降,导致托槽周围牙釉质脱矿的发生。研究显示,正畸治疗引起牙釉质脱矿的发病率为 2%~96%^[1-3],而传统预防牙釉质脱矿方法,诸如口腔卫生维护、氟化物的应用等受患者依从性、药物浓度变化等因素的影响存在着不足或局限性。因而,我们应用磁控溅射法在金属托槽表面成功制备了掺氮 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜以预防牙釉质脱矿,体外实验表明其对口腔常见菌表现出良好的抗菌效果,动物实验证实其对口腔黏膜无刺激性、无短期全身毒性、无溶血性以及遗传毒性,具有良好的生物相容性^[4-5]。

良好的粘接强度是托槽在固定矫治过程中充分发挥作用的基本保证。磁控溅射法虽是制备掺氮 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜常采取的方法^[6],但由于操作过程复杂,温度及其他参数控制严格,在制备过程中是否会引起托槽基底部形态改变以及影响托槽的粘接强度,相关文献报道较少。本研究采用体外实验的方法,通过比较普通托槽和掺氮 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜托槽的剪切强度,以明确掺氮 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜托槽的制备过程是否对托槽的粘结强度产生了影响。

1 材料和方法

1.1 实验仪器、材料和标本

1.1.1 实验仪器 JZCK-580 高真空多功能磁控溅射设备(辽宁聚智科技发展有限公司),高温箱式电阻炉(北京独创科技有限公司),X 射线衍射仪(Rigaku D/Max-2400 型,日本),JSM-5600LV 低真空扫描电镜(日本 JEOL 公司),岛津电子万能材料试验机(型号 AGS-X,图 1A)。

1.1.2 实验材料 纯度为 99.99% 氧化钛陶瓷靶(75 mm×5 mm,成都超纯公司),直丝弓托槽(杭州三比医疗器械有限公司,0.022" 标准型),托槽底板面积为 12.58 mm²(游标卡尺测量),粘结剂为京津牙釉质粘合树脂化学固化双糊剂型(天津市合成材料工业研究所),酸蚀剂为 Gluma 齿科酸蚀凝胶 35% 釉质型(上海贺利氏-古莎公司)。

1.1.3 离体牙的收集 收集 60 颗因正畸需要拔除的无龋、无明显缺损的前磨牙,去除牙根表面软组

织,经 75% 乙醇消毒后在 4℃ 条件下保存于 0.9% 的生理盐水中。

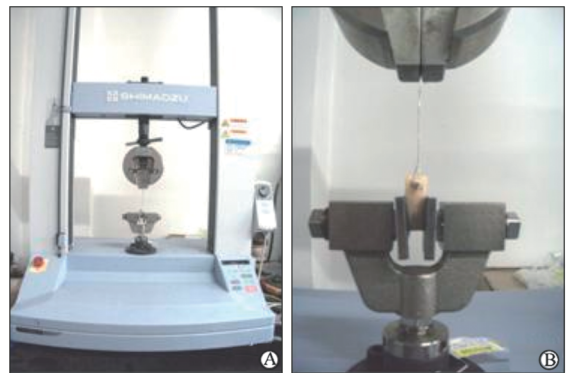


图 1 剪切力实验设备

Fig 1 Experimental equipment for shear bond strength

A: Electronic universal testing machine; B: Fix the test specimen on testing machine and exert a force parallel to the tooth surface in an incisal-apical direction

1.2 方法

1.2.1 掺氮 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜托槽的制备 利用 JZCK-580 高真空多功能磁控溅射设备在金属托槽上沉积 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜。

沉积前将托槽用 40 g/L NaOH、25 g/L NaCO₃、50 g/L Na₃PO₄·12H₂O 和 7.5 g/L Na₂SO₃ 配制而成的混合液恒温在 90℃ 清洗 25 min,观察表面无水珠,再放入盛有丙酮溶液的烧杯中,超声清洗 20 min,然后浸泡在装有丙酮的烧杯内备用。

溅射前氩气预溅射 10 min,去除氧化钛陶瓷靶表面污染物。实验中本底真空为 1.0×10^{-3} Pa,工作压力 1.0 Pa,通入氩气和氮气两种气体,质量流量比为 30 : 1,射频溅射功率 300 W,衬底温度 300℃。将制得 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜的托槽置于高温箱式电阻炉内在 450℃、氮气气氛(保护气体)中进行退火处理,退火温度控制在 450℃,控制退火温度的上升速度,防止温度变化过快而导致的薄膜剥落。保温 2 h 后,托槽随炉降温,以使薄膜有足够的时间充分结晶。退火前、后 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜托槽见图 2。

1.2.2 托槽的表征 用 X 射线衍射仪进行托槽表面薄膜结构 X 射线衍射(XRD)分析;用 JSM-5600LV 低真空扫描电镜(SEM)进行托槽网底形貌分析。



图 2 退火前(A)、后(B) $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ 薄膜托槽
Fig 2 Nitrogen-doped $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ films
on brackets before(A) and after(B) annealing

1.2.3 实验分组 按实验设计将 60 颗牙按照 3 种托槽(普通托槽、退火前掺氮 $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ 薄膜托槽和退火后掺氮 $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ 薄膜托槽)和 2 种储存条件(室温蒸馏水、冷热循环)随机分为 6 组,每组 10 颗,分别作不同的粘结托槽和保存处理。

1.2.4 托槽的粘结 牙齿经清水冲洗干净后包埋于 $30\text{ mm}\times 10\text{ mm}\times 7\text{ mm}$ 白色自凝塑料块底座中,暴露颊面。包埋树脂硬固后,用 75%乙醇棉球将牙面擦拭干净并吹干,按酸蚀剂使用要求酸蚀釉质表面 30 s,清水冲洗 15 s,无油空气吹干。在酸蚀牙面均匀涂一薄层底胶,按照产品说明书完成京津釉质粘合剂的调配,再将调配好的粘合剂置于托槽背板,迅速将托槽放置在牙面的正确位置并轻轻施压,用探针刮去托槽周围多余的粘合剂。以上操作均由实验者本人在一段连续的短时间内操作完成。

1.2.5 试件保存处理 室温蒸馏水保存:将托槽粘结完成后的试件置于盛有室温蒸馏水的密封广口瓶中保存 24 h^[7];冷热循环保存:将托槽粘结完成后的试件在室温蒸馏水中保存 24 h,取出并放置于 5℃ 盛有蒸馏水的恒温水浴箱中浸泡保存 30 s,转移至 60℃ 的水浴箱中浸泡保存 30 s,重复循环 1 000 次,夜间停止循环并保存在 37℃ 恒温蒸馏水中。

1.2.6 剪切强度测试 用电子万能材料试验机下方夹具夹紧试样,使托槽上方边缘与地面平行,长轴与地面垂直,用双股 0.3 mm 结扎丝绕过托槽结扎翼,并固定于上方的夹具上,使托槽底面与拉力方向平行,确保托槽受力为牙合龈向剪切力(图 1B)。试验机上升速度设定为 2 mm/min,记录剪切力的大

小,直至托槽自牙面脱落。托槽脱落瞬间所承受的载荷(P)由测力机自动记录力值,并通过下面公式转化成剪切强度:托槽/牙界面剪切强度(MPa) = 脱落瞬间的载荷(N)/托槽底表面积(mm^2)。

1.3 统计学处理 采用 SPSS 17.0 统计软件进行数据处理,对 6 组实验结果进行单因素方差分析,检验水平(α)为 0.05。

2 结果

2.1 掺氮 $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ 薄膜托槽 XRD 表征 XRD 谱分析显示普通不锈钢托槽在对应于钛晶体特征峰的区域未出现衍射峰(图 3 中 a);未经过退火处理的 $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ 薄膜托槽没有出现 TiO_2 的锐钛矿相和金红石或板钛矿 3 种晶体结构的任何特征峰(图 3 中 b);经过 450℃ 退火 2 h 处理的 $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ 薄膜托槽有明显的衍射峰对应着锐钛矿型的 (101°) 面,并且存在一定的择优取向生长(图 3 中 c)。根据谢乐(Scherrer)公式: $D = 0.89\lambda / B\cos\theta$ (D 为晶粒尺寸, λ 为 X 射线波长, B 为衍射峰半高度, θ 为衍射角),得到退火后掺氮 $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ 薄膜托槽组托槽表面 $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ 薄膜的平均粒径为 30 nm,说明 $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ 薄膜是纳米量级。

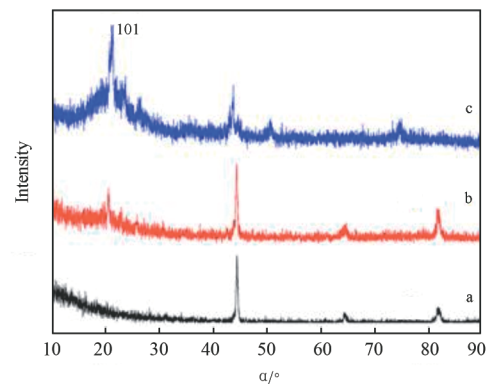


图 3 3 种托槽表面的 X 射线衍射分析

Fig 3 X-ray diffraction analysis
of the bracket surface in three groups

a: Ordinary stainless steel brackets; b: The nitrogen-doped $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ films on brackets before annealing. There is no diffraction peak in the titanium crystal characteristic peak area; c: The nitrogen-doped $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ films on brackets after annealing, showing highly anatase phase (101°) preferred orientation

2.2 掺氮 $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ 薄膜托槽网底形态 SEM 图像显示普通托槽、退火前掺氮 $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ 薄膜托槽和退火后掺氮 $\text{TiO}_2\text{-}_x\text{N}_x$ 薄膜托槽 3 种托槽底板网格清晰,大小对称,排列整齐,结构无明显不同(图 4)。

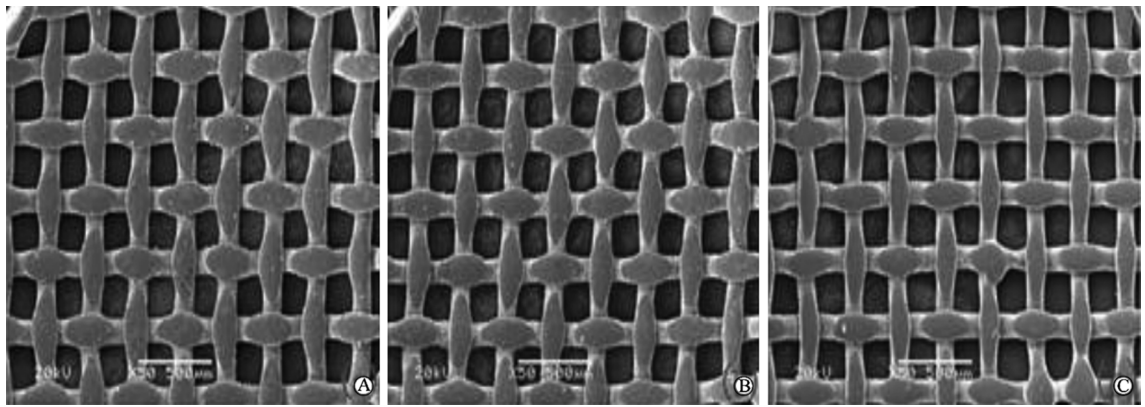


图 4 3 组托槽底板扫描电镜图像

Fig 4 Scanning electron microscopy images of base plate of brackets in three groups

A: Ordinary stainless steel brackets; B: The nitrogen-doped $TiO_{2-x}N_x$ films on brackets before annealing; C: The nitrogen-doped $TiO_{2-x}N_x$ films on brackets after annealing. Original magnification: $\times 50$

2.3 掺氮 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜剪切强度 经冷热循环处理后普通托槽、掺氮 TiO_2 薄膜托槽退火前和掺氮 TiO_2 薄膜托槽退火后 3 组托槽的粘接强度均低于室温条件下的粘接强度, 差异有统计学意义 ($P < 0.01$), 但同种处理方法下的各组间粘接强度差别无统计学意义 ($P > 0.05$, 图 5)。

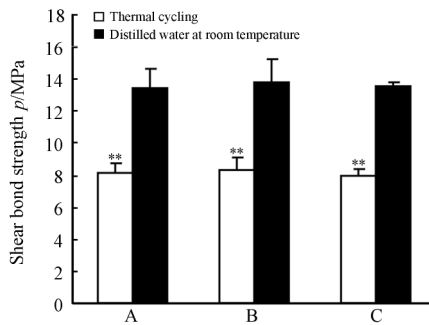


图 5 6 组托槽的剪切强度

Fig 5 Shear bond strength of brackets in 6 groups

A: Ordinary stainless steel brackets; B: The nitrogen-doped $TiO_{2-x}N_x$ films on brackets before annealing; C: The nitrogen-doped $TiO_{2-x}N_x$ films on brackets after annealing. $*** P < 0.01$ vs distilled water at room temperature. $n = 10, \bar{x} \pm s$

3 讨论

固定矫治技术是错合畸形治疗的主流技术, 托槽是其核心装置, 贯穿治疗全程, 托槽的良好固位是正畸疗效保证的基础。既往研究认为托槽的粘接强度会受到粘接剂的类型、托槽的粘接面积、粘接固化时间、牙齿本身结构、釉质表面处理、操作者的熟练程度、托槽底板设计等综合因素的影响^[8-9]。本实验选择抗剪切力最强的正方形金属网底^[10-11]结构托槽

底板, 它是由网状金属层通过激光焊接技术与不锈钢托槽结合而成, 粘接剂渗入纵横交错的网孔后与底板形成较强的机械嵌合结构, 为托槽和粘接剂的机械固位提供了保证^[12]。

掺氮 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜托槽的制备要经过 $300^\circ C$ 的溅射以及 $450^\circ C$ 的退火处理, 这样的温度对不锈钢组织内部具有力学强化作用, 但对不锈钢的表面晶粒并不产生影响^[13-14], 因此托槽底板的粘接面也不会改变。本研究 SEM 形貌观察显示: 普通托槽组、退火前掺氮 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜托槽组和退火后掺氮 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜托槽组金属网孔大小一致, 网丝均匀, 边缘整齐, 倒凹明显, 说明制备掺氮 $TiO_{2-x}N_x$ 薄膜托槽的过程并没有影响不锈钢金属托槽的基底产生形变。

冷热循环试验因能模拟口腔内的温度变化, 而被作为一种评价托槽粘接强度、耐久度的可靠方法^[15]。本项研究结果显示经冷热循环后托槽的粘接强度均低于室温条件下的粘接强度, 这可能是由于粘接剂 [$\alpha = (20 \sim 55) \times 10^{-6}/^\circ C$] 与牙釉质 ($\alpha = 12 \times 10^{-6}/^\circ C$) 和不锈钢金属托槽 ($\alpha = 16 \times 10^{-6}/^\circ C$) 间热膨胀系数 α 差别较大, 冷热循环后各部分应力变化不协调导致^[16]; 同时温度变化使得粘结材料的降解老化加速, 引起了内聚强度的降低, 这也是粘结力下降的原因之一^[17]。Mogi^[18] 的研究表明, 将粘接金属托槽的离体牙分别放置在 $4^\circ C$ 和 $60^\circ C$ 的水中各 1 min 并重复循环 60 次后的粘接强度与放置在 $37^\circ C$ 恒温水中 3 个月的粘接强度相当, 按照此方法, 本实验设计的 1 000 次的冷热循环与托槽在口

腔内环境作用下 30 个月相当, 因而, 本研究可以模拟临床治疗过程中口腔内温度的变化, 检验托槽的粘接强度以及耐久度。Khosravanifard 等^[19] 对不同托槽分别在体内和体外的剪切性能做了对比, SEM 显示冷热循环后的去除托槽的底板粘接剂痕迹类型与口腔内粘接应用后去除托槽的底板粘接剂痕迹类型一样, 证明在体内、体外这两种条件下的托槽的粘接强度一样, 冷热循环处理可以模拟临床应用中的托槽的粘接强度变化。

为避免其他因素对粘接强度的影响, 本研究所有试验对象选择了相同的粘接剂, 由同一操作者实施整个粘接的全过程, 结果显示同一处理方法下的不同托槽组间差异无统计学意义 ($P > 0.05$), 冷热循环后的托槽组粘接强度均较室温保存的托槽组降低 ($P < 0.01$)。Reynolds^[20] 指出托槽的体外剪切强度达到 6~8 MPa 就可以满足正畸临床治疗的需要, 虽然本研究中冷热循环处理后 3 组托槽剪切强度均明显降低, 但仍在临床所能接受的最小体外抗剪切粘接强度之上, 能够满足临床的要求。结果表明, 本实验制备的掺氮 TiO_2-xN_x 薄膜托槽为锐钛矿型结构, 具有良好的可见光催化活性, 其制备过程未对托槽的粘接强度产生影响, 能够满足正畸治疗的需要, 有望在临床推广使用。

4 利益冲突

所有作者声明本文不涉及任何利益冲突。

[参考文献]

- [1] Gorelick L, Geiger A M, Gwinnett A J. Incidence of white spot formation after bonding and banding [J]. *Am J Orthod*, 1982, 81:93-98.
- [2] Willmot D. White spot lesions after orthodontic treatment[J]. *Seminars Orthod*, 2008, 14:209-219.
- [3] Øgaard B. White spot lesions during orthodontic treatment: mechanisms and fluoride preventive aspects[J]. *Seminars Orthod*, 2008, 14:183-193.
- [4] 李 娜, 曹宝成, 王育华, 刘 斌, 张颖杰. 掺氮 TiO_2-xN_x 薄膜托槽的制备及其性能研究[J]. *功能材料*, 2011, 42:835-838.
- [5] 张颖杰, 曹宝成, 王育华, 王 璞, 张 旭, 李 娜. 掺氮 TiO_2-xN_x 薄膜托槽生物相容性的实验研究[J]. *第三军医大学学报*, 2012, 34:1630-1635.
- [6] Abdollahi Nejanda B, Sanjabi S, Ahmadi V. Sputter deposition of high transparent $\text{TiO}_2-x\text{N}_x/\text{TiO}_2/\text{ZnO}$ layers on glass for development of photocatalytic self-cleaning application[J]. *Appl Surf Sci*, 2011, 257:10434-10442.
- [7] 刘新强, 张 丁, 孙志辉. 托槽即刻粘接强度与 24 小时粘接强度的对比研究[J]. *口腔正畸学*, 2002, 9:18-19, 31.
- [8] 谢晓华, 梁甲兴. 影响托槽黏接强度的因素分析[J]. *医学综述*, 2006, 12:1124-1126.
- [9] 穆 宏, 刘学丽, 吴永生, 张 静. 影响托槽粘接强度的因素[J]. *现代口腔医学杂志*, 2007, 21:650-652.
- [10] Sharma-Sayal S K, Rossouw P E, Kulkarni G V, Titley K C. The influence of orthodontic bracket base design on shear bond strength[J]. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*, 2003, 124:74-82.
- [11] 殷 桢, 曲 虹. 不同托槽底板结构影响粘接质量的三维有限元分析[D]. 大连医科大学: 口腔临床医学, 2011.
- [12] 陈玉玲, 张端强, 吴维青, 魏艳华, 郑 玲, 骆 凯. 不同底板结构及黏接剂对托槽粘接强度的影响[J]. *福建医科大学学报*, 2006, 40:259-262.
- [13] 李国俊, 赵乃勤, 姚家鑫, 陈复民. 奥氏体不锈钢低温退火强化机制的研究[J]. *物理测试*, 1990(4):15-17.
- [14] 杨方敏, 回土旭, 高雷雷. 奥氏体不锈钢的变形程度及再结晶退火对硬度性能的影响[J]. *河北理工大学学报(自然科学版)*, 2011, 33:67-71.
- [15] Iizuka Y, Kudou N, Tanaka S, Fukuda D, Sanjyou A, Araki Y, et al. Bond strength of an orthodontic bonding material and adhesion energy of artificial saliva to an experimental titanium bracket[J]. *Orthod waves*, 2011, 70:21-26.
- [16] Arici S, Arici N. Effects of thermocycling on the bond strength of a resin-modified glass ionomer cement: an *in vitro* comparative study[J]. *Angle Orthod*, 2003, 73:692-696.
- [17] 宋志芸, 陈中坚, 邵 胜, 赵春洋, 陈文静, 樊新民. 激光优化金属托槽与普通金属托槽剪切强度比较的研究[J]. *口腔医学*, 2010, 30:143-145, 163.
- [18] Mogi M. The application of 4-META/MMA-TBB resin to orthodontics. Adhesion to human enamel[J]. *Nihon Kyosei Shika Gakkai Zasshi*, 1982, 41:260-271.
- [19] Khosravanifard B, Nemati-Anaraki S, Nili S, Rakhshan V. Assessing the effects of three resin removal methods and bracket sandblasting on shear bond strength of metallic orthodontic brackets and enamel surface[J]. *Orthod waves*, 2011, 70:27-38.
- [20] Reynolds I R. A review of direct orthodontic bonding[J]. *Br J Orthod*, 1975, 2:171-178.

[本文编辑] 周燕娟, 孙 岩