ICS 11.060.10
CCS C 33

1932

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1829—2022

牙科学　牙本质小管封堵效果体外评价方法

Dentistry—In vitro evaluation methods of the occlusion effect of dentinal tubules

2022-08-17 发布　　2023-09-01 实施

国家药品监督管理局　发布

中国315产品质量安全系统
手机发送防伪码至13720083315
网站www.cnfw315.com
电话4006982315
刮涂层 查真伪

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家药品监督管理局提出。

本文件由全国口腔材料和器械设备标准化技术委员会(SAC/TC 99)归口。

本文件起草单位:北京大学口腔医学院口腔医疗器械检验中心、苏州信和隆医疗器械有限公司。

本文件主要起草人:蒋若丹、林红、徐永祥、王桐信、汪慧灵、董良润。

引　言

能够堵塞牙本质小管的牙科材料可以用于牙本质敏感治疗、牙齿再矿化及牙齿防龋等，其中以牙本质敏感的治疗为主要用途。

牙本质敏感症是指暴露的牙本质遇到温度、机械或化学等刺激时出现的以短暂、尖锐性疼痛为主诉的一种症状。暴露的牙本质表面的牙本质小管的管口开放是导致牙本质敏感的关键因素，而更直接的诱因是暴露部位的牙本质通透性。依据被广泛接受的解释牙本质敏感症的流体动力学说，外界因素刺激暴露的牙本质从而引起牙本质小管液不定向流动，机械的搅动了牙髓内容物，间接兴奋了游离神经末梢，产生痛觉。依据该理论，目前治疗牙本质过敏的主要手段是封堵牙本质小管（降低牙本质通透性）和/或降低牙髓神经的敏感性，然而，在评价脱敏材料脱敏效果方面，还尚未有统一的标准方法。

牙本质小管堵塞型脱敏材料在临床使用较为普遍，这类材料从脱敏机理上划分为无机填料型、树脂封闭型、蛋白质变性封堵型以及再矿化型等，所涉及的材料种类包括脱敏剂、氟保护漆、粘接剂、树脂等。本文件提供了两种可选的体外评价牙本质小管堵塞型牙齿脱敏材料封堵效果的方法，包括牙本质通透性测试法和扫描电镜观察法，这些方法在国内外文献中已有较多报道，在相关研究领域普遍应用。

对于需与活体牙牙本质小管液内蛋白质产生反应的牙本质脱敏材料（如戊二醛类），本文件不适用。对于非堵塞型牙本质脱敏材料（如降低牙髓神经敏感性的钾离子类），本文件不适用。

牙科学　牙本质小管封堵效果体外评价方法

1　范围

本文件规定了两种牙本质小管封堵效果的体外评价方法，适用于能够堵塞牙本质小管的牙科材料。本文件不适用于需与活体牙的牙本质小管液内蛋白质产生反应而堵塞牙本质小管的材料。

注：评价材料时，可选择其中一种方法或两种方法同时使用。

2　规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 9937　牙科学　名词术语

3　术语和定义

GB/T 9937 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

牙本质小管　dentinal tubule

牙本质中充满的细管。

注：牙本质小管贯穿牙本质全层，小管内为成牙本质细胞突起和组织液。牙本质小管自牙髓表面向牙釉质牙本质界呈放射状排列，在牙尖部及根尖部小管较直，而在颈部则弯曲呈“～”形。

4　方法一　牙本质通透性测试法

4.1　原理

测量牙本质片经受试材料处理前后的通透值，得到经受试材料处理后的牙本质片相对通透值，从而评价该材料对牙本质小管的封堵效果。

4.2　试剂

选用分析纯乙醇、氯胺 T 和分析纯磷酸，用去离子水分别配制成 70%（质量分数）乙醇溶液或 0.5%（质量分数）氯胺 T 溶液以及 35%（质量分数）磷酸溶液。

4.3　主要设备

4.3.1　低速切割机，带冷却水。

4.3.2　液压通透装置，使用方法见附录 A。

4.4 牙本质片(取自人牙或牛牙)

4.4.1 人牙本质片制备

选择新鲜拔除的无龋磨牙(如可能,最好使用16岁～40岁人的第三磨牙),用手持器械清除牙垢和附着的软组织,在70%乙醇中浸泡至少15 min或在0.5%氯胺T溶液中放置最多1周,之后贮存于灭菌去离子水中,在4 ℃下放置不超过1个月。用低速切割机(4.3.1)在水冷却下以与牙长轴垂直的角度,在牙冠最宽处,于咬合面釉质以下,牙髓腔的咬合面边界以上,切取厚度为(0.5±0.05)mm的牙本质片。牙本质片的试验区域内应完整无损,共需5片。

注:若为确保牙本质片通透性的一致,则获取牙本质片的位置可尽量一致,因此每颗人牙通常只能获取一片牙本质片。

4.4.2 牛牙本质片制备

从3岁～7岁屠宰的牛的中间四颗下切牙中选择完整无过度磨损的切牙。牙齿拔出后,用手持器械清除牙垢和附着的软组织,在0.5%氯胺T溶液中放置最多1周,之后贮存于灭菌去离子水中,在4 ℃下放置不超过1个月。用低速切割机(4.3.1)在水冷却下沿牙齿的长轴,尽可能地贴近牙髓腔切取厚度为(0.5±0.05)mm的牙本质片。使用靠近牙颈部的牙本质片进行试验。牙本质片的试验区域内应完整无损,共需5片。

4.5 试验步骤

4.5.1 牙本质片的处理

所有牙本质片用35%(质量分数)磷酸溶液双面酸蚀30 s去除玷污层,用去离子水冲洗干净,再置于去离子水中超声清洗5 min。

注:若产品使用说明书对牙齿酸蚀有特殊规定,按产品说明书规定进行。

4.5.2 基线通透值的测定

把牙本质片安装于液压通透装置(4.3.2)中,使用方法见附录A,在20 cm水柱压力下,用去离子水作为通透液体测量牙本质片的通透值,该值为使用受试材料处理牙本质片前的通透性数值,设定为牙本质片的基线通透值,同一牙本质片测量三次,每次测量需重新安装牙本质试片,取平均值记为Lp_0。每次测量应在20 min内完成。测量后从装置中取下牙本质片并立即进行4.5.3的操作。

4.5.3 受试材料的使用

依据产品使用说明书,模拟实际使用时的操作,用受试材料处理已测定基线通透值的牙本质片的远髓面。处理后的牙本质片立即进行4.5.4的操作。

4.5.4 受试材料使用后通透值的测定

测量经受试材料处理后的牙本质片(4.5.3)的通透值,把牙本质片安装于液压通透装置(4.3.2)中,在20 cm水柱压力下,用去离子水作为通透液体测量牙本质片的通透值,该值为使用受试材料处理牙本质片后的通透值Lp_1。同一牙本质片测量一次,每次测量应在20 min内完成。

4.6 数据处理和结果表示

计算受试材料使用后每片牙本质片的相对通透值。用受试材料使用后的通透值Lp_1相对于基线通透值Lp_0的百分数表示(将每片牙本质片的Lp_0设为100%通透),见公式(1)。

$$相对通透值=\frac{Lp_1}{Lp_0}\times 100\% \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

Lp_1——受试材料使用后牙本质片的通透值，单位为微升每分平方厘米厘米水柱（$\mu L \cdot min^{-1} \cdot cm^{-2} \cdot cmH_2O^{-1}$）；

Lp_0——牙本质片的基线通透值（为三次测量的平均值），单位为微升每分平方厘米厘米水柱（$\mu L \cdot min^{-1} \cdot cm^{-2} \cdot cmH_2O^{-1}$）。

分别测量 5 片牙本质片，结果以 5 片牙本质片相对通透值的均值和标准差表示。

5 方法二 牙本质小管堵塞率测试法（扫描电镜观察法）

5.1 原理

采用扫描电镜观察并记录牙本质片经受试材料处理后的未被封堵牙本质小管数，同时记录对照组牙本质片管口开放的牙本质小管数，经计算得到牙本质小管堵塞率，从而评价受试材料堵塞牙本质小管的效果。

5.2 试剂

选用分析纯磷酸，用去离子水配制成 35%（质量分数）磷酸溶液。

5.3 主要设备

5.3.1 低速切割机，带冷却水。

5.3.2 扫描电镜。

5.4 牙本质片

人牙或牛牙的牙本质片 3 片。

获取及切取方法同 4.4.1 或 4.4.2。将所获取的人牙本质片每片对称切割分为两半，牛牙本质片沿牙齿长轴切割分为两半，其中一片作为试验组，另一片作为对照组。每组平行试验的试验组和对照组试片均来自同一牙本质片。

5.5 试验步骤

5.5.1 牙本质片的处理

将所有试验组和对照组牙本质片用 35%（质量分数）磷酸溶液双面酸蚀 30 s 去除玷污层，用去离子水冲洗干净，再于去离子水中超声清洗 5 min。

注：若产品使用说明书对牙齿酸蚀有特殊规定，按产品说明书规定进行。

5.5.2 受试材料的使用

依据产品使用说明书，模拟实际使用时的操作，用受试材料处理试验组牙本质片的远髓面。将处理后的牙本质片置于去离子水中，于 37 ℃下浸泡 24 h。

5.5.3 扫描电镜观察

试验组和对照组牙本质片充分干燥后，在扫描电镜（适宜的放大倍数）下分别观察试验组和对照组牙本质片的牙本质小管堵塞情况。观察时，试验组和对照组牙本质片所选位置应为对称区域。在受试

材料涂布范围的中心区域，进行扫描电镜观察。在选定区域的电镜照片中，对试验组牙本质片未被封堵的牙本质小管计数，记为 n_1；同时对对照组牙本质片完全开口小管计数，记为 n_0。在试验组和对照组牙本质片选定的电镜图像区域内，牙本质小管的密度应尽量接近，牙本质小管数目至少大于 100 个且牙本质小管封堵图像清晰可辨。

注：封堵的牙本质小管包括全部封堵的牙本质小管和部分封堵的牙本质小管，未被封堵的牙本质小管为管口内无受试材料的牙本质小管。

5.6 数据处理和结果表示

牙本质小管堵塞率计算见公式(2)。

$$牙本质小管堵塞率 = \frac{n_0 - n_1}{n_0} \times 100\% \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

n_0——对照组牙本质片完全开口牙本质小管数，单位为个；

n_1——试验组牙本质片未被封堵的牙本质小管数，单位为个。

结果以 3 组平行试验的牙本质小管堵塞率的均值和标准差表示。

附 录 A
（规范性）
牙本质片通透性测量

A.1 测量装置

A.1.1 测量装置示意图

测量装置见图 A.1。

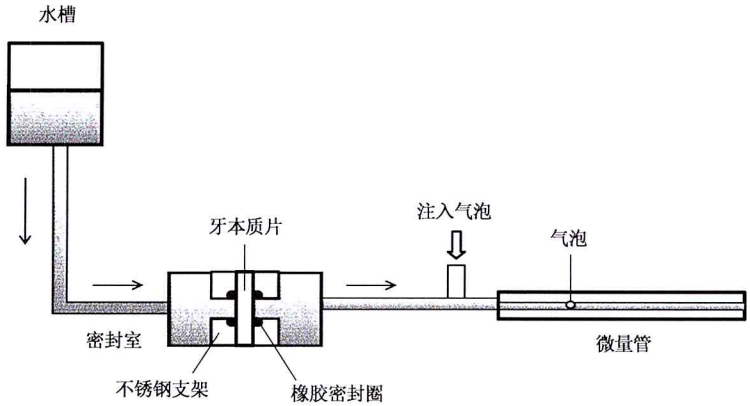

图 A.1 牙本质片通透性测量装置示意图

A.1.2 水槽

液面距密封室中心为一固定高度，以使牙本质试片承受一定的水柱压力（例如 20 cm 水柱压力）。

A.1.3 密封室

不锈钢制成的密封室内能放置直径约 8 mm 的牙本质片。用内径为 6 mm 的密封圈将牙本质片固定在密封室中间，密封圈内径所限定的面积即为所测牙本质片的通透面积。液体应始终从牙本质片的近髓面向远髓面通透。

A.1.4 气泡进孔

带有开关，可以允许气泡注入。

A.1.5 气泡测量器具

计时器，精度 0.01 s；带刻度的 0.1 mL 微量管，精度 5 μL，或等效的液体流量计量装置。

A.2 测量原理

通过观察和记录在一段时间内液体通过牙本质小管的流量，测量牙本质的通透性。

A.3 通透性测量

A.3.1 排除气泡

装配好密封室后，开启水槽，让液体充满整个测量装置，以排除装置内残留的气泡。

A.3.2 注入气泡

从气泡注入孔打入一个小气泡。

A.3.3 密封性检测

测量前，先将牙本质片用树脂片或塑料片代替，观察气泡是否移动，以判断装置的密封性。确定装置密封性良好后，才可进行正式试验。

A.3.4 观察

观察并记录气泡移动所对应的刻度变化和时间，用公式(A.1)计算牙本质片的通透性：

$$Lp = Jv/(A \times t \times p) \qquad \cdots\cdots (A.1)$$

式中：

Lp ——牙本质片通透值，单位为微升每分平方厘米厘米水柱($\mu L \cdot min^{-1} \cdot cm^{-2} \cdot cmH_2O^{-1}$)；

Jv ——观察时间内液体流过牙本质片的体积，单位为微升(μL)；
通过记录气泡在微量管中移动的刻度变化，得到该数值；

A ——牙本质片的通透面积，单位为平方厘米(cm^2)；

t ——观察时间，单位为分(min)；

p ——施加于牙本质片近髓面的水压，单位为厘米水柱(cmH_2O)。

参 考 文 献

[1] Greenhill J D,Pashley D H.The effects of desensitizing agents on the hydraulic conductance of human dentin in vitro.[J].Journal of Dental Research,1981,60(3):686-698.

[2] N J,Mordan,P M,Barber,D G,Gillam.The dentine disc.A review of its applicability as a model for the in vitro testing of dentine hypersensitivity.[J].Journal of Oral Rehabilitation,1997,24(2):148-156.

YY/T 1829—2022

中华人民共和国医药
行业标准
牙科学　牙本质小管封堵效果体外
评价方法
YY/T 1829—2022
*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533　发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16　印张 0.75　字数 22 千字
2022年8月第一版　2022年8月第一次印刷
*
书号:155066·2-36193　定价 18.00 元

如有印装差错　由本社发行中心调换
版权专有　侵权必究
举报电话:(010)68510107

YY/T 1829-2022

码上扫一扫　正版服务到