

中华人民共和国医药行业标准

YY/T XXXX-XXXX

牙科学 牙本质小管封堵效果评价方法

Dentistry—Evaluation methods of the occlusion effect of dentinal tubules

(征求意见稿)

请将你们发现的有关专利的内容和支持性文件随意见一并返回

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施

国家药品监督管理局 发布

前 言

本标准按照 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这些专利的责任。

本标准由国家药品监督管理局提出。

本标准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。

本标准起草单位：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

本标准主要起草人：

信和隆

引 言

牙本质小管堵塞型牙科材料的重要功能为部分或全部封闭开放的牙本质小管,从而达到降低牙齿敏感的效果。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,已经证实降低牙本质的通透性能有效缓解牙本质敏感,封闭或阻塞牙本质小管是降低牙本质通透性的直接手段。因此,评价牙本质小管封堵效果可以间接评价其牙齿脱敏效果。

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、胶原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。然而,在评价这一类材料脱敏效果方面,还尚未有统一的标准方法。

为了弥补这一空缺,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。

牙科学 牙本质小管封堵效果评价方法

1. 范围

本文件适用于牙本质小管堵塞型牙科材料的封堵效果评价。

本文件提供了两种评价该类材料牙本质小管封堵效果的体外评价方法，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

牙本质小管从牙髓表面向釉牙本质界呈放射状排列,在牙尖部及根尖部较直,而在牙颈部呈“S”状弯曲。小管近牙髓一端较粗,其直径为 $3\mu\text{m}\sim 4\mu\text{m}$,近表面一端较细为 $1\mu\text{m}$ 。每条小管内有成牙本质细胞的胞质突。

4. 方法一 牙本质通透性测试法

4.1 原理

测量牙本质片经试验样品处理前后的通透值,得到经试验样品处理后的牙本质片相对通透值,从而评价该样品堵塞牙本质小管的效果。

4.2 牙本质片

人牙或牛牙的牙本质片 5 片。

4.2.1 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 16~40 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 15min 或在 0.5%氯胺 T 溶液中放置最多 1 周，之后贮存于蒸馏水中，在 4℃下放置不超过 1 个月。用低速切割机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。

注：为尽量确保牙本质片通透性的一致，牙本质片的获取位置应尽量一致，因此每颗人牙通常只能获取一片牙本质片。

4.2.2 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，之后贮存于蒸馏水中，在4℃下放置不超过1个月。用低速切割机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。

4.3 主要设备

低速切割机、液压通透装置（见附录A）。

4.4 试剂

35% (w/w) 磷酸。

4.5 试验步骤

4.5.1 牙本质片的处理

所有牙本质片用35% (w/w) 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。

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（试验装置及使用方法见附录A）中，在20 cm水柱压力下，用蒸馏水作为通透液体测量牙本质片的通透值，该值为使用样品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，取三次测量的平均值记为 L_{p_0} 。

4.5.3 样品的使用

依据产品使用说明书，模拟实际使用时的操作，用试验样品处理牙本质片的远髓面。

4.5.4 样品使用后通透值的测定

测量方法同4.5.2。该值为使用样品处理牙本质片后的通透值 L_{p_1} 。

4.6 数据处理和结果表示

样品使用后牙本质片的相对通透值，用样品使用后的通透值 L_{p_1} 相对于基线通透值 L_{p_0} 的百分比表示（将每片牙本质片的 L_{p_0} 设为100%通透），公式如下：

$$\text{相对通透值} = \frac{L_{p_1}}{L_{p_0}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

L_{p_1} ——经样品处理后牙本质片的通透值，单位为微升每分钟每平方厘米每厘米水柱 $(\mu\text{L} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{cmH}_2\text{O}^{-1})$ ；

L_{p_0} ——牙本质片的基线通透值（为三次测量的平均值），单位为微升每分钟每平方厘米每厘米水柱 $(\mu\text{L} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{cmH}_2\text{O}^{-1})$ 。

结果以5片牙本质片的平均相对通透值和标准差表示。

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试验样品处理后的未被堵塞牙本质小管数，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，从而评价样品堵塞牙本质小管的效果。

5.2 牙本质片

人牙或牛牙的牙本质片 3 片。

获取及切取方法同 4.2.1 或 4.2.2。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。

5.3 主要设备

低速切割机、扫描电镜。

5.4 试剂

35% (w/w) 磷酸。

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% (w/w) 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 5min。

5.5.2 样品的使用

依据产品使用说明书，模拟实际使用时的操作，用试验样品处理试验组牙本质片的远髓面。

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（1000 倍或 1500 倍）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。在选定区域的电镜照片中，对试验组牙本质片未被堵塞的牙本质小管计数，记为 n_1 ；同时对对照组牙本质片开口小管计数，记为 n_0 。

注：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，牙本质小管数目一般应大于 200 个。

5.6 数据处理和结果表示

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

式中：

n_0 ——对照组牙本质片开口牙本质小管数，单位为个；

n_1 ——试验组牙本质片未被堵塞的牙本质小管数，单位为个。

结果以 3 组平行试验的平均牙本质小管堵塞率和标准差表示。

附录 A
(规范性附录)
牙本质片通透性测量

A.1 测量装置

测量装置见图 A-1。

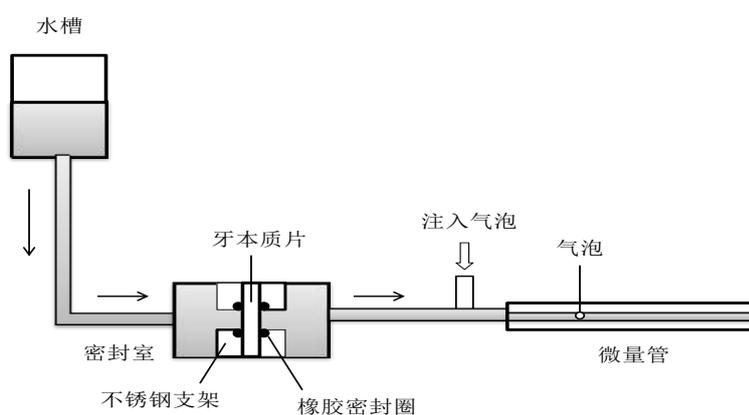


图 A-1 牙本质片通透性测量装置示意图

A.1.1 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 20cm 水柱压力）。

A.1.2 密封室

不锈钢制成的密封室内能放置直径约 8mm 的牙本质片。用内径为 6mm 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.1.3 气泡进孔

带有开关，可以允许气泡注入。

A. 1. 4 气泡测量器具

计时器，精度 0.01s；带刻度的 0.1mL 微量管，精度 5 μ L,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，用下式计算牙本质片的通透性：

$$L_p = J_v / (A \times t \times P) \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

L_p ——牙本质通透性，单位为微升每分钟每平方厘米每厘米水柱
($\mu\text{L} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{cmH}_2\text{O}^{-1}$)；

J_v ——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，单位为分钟 (min)；

P ——施加于牙本质片近髓面的水柱压力，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.
