



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0519—2009

牙科材料 与牙齿结构粘接的测试

Dental materials

Testing of adhesion to tooth structure

(MOD ISO/TS 11405:2003)

2009-12-30 发布

2011-06-01 实施



国家食品药品监督管理局 发布

目 次

前言 II

引言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语与定义 1

4 取样 2

5 测试方法 2

附录 A(资料性附录) 粘接强度测量的试验方法 8

附录 B(资料性附录) 拉伸粘接强度测试方法 9

附录 C(资料性附录) 剪切粘接强度测试方法(一) 限定剪切力方向的剪切试验 10

附录 D(资料性附录) 剪切粘接强度测试方法(二) 12

参考文献 13

前 言

本标准的全部技术内容为推荐性的。

本标准修改采用 ISO/TS 11405:2003《牙科材料 与牙齿结构的粘接测试》。

本标准与该国际标准的主要差异和原因如下：

——1 范围删除了 ISO 原文中“并对这些材料的临床应用试验给出了建议”。

——2 规范性引用文件 删除了 ISO 原文中“ISO 14155-1”和“ISO 14155-2”。增加“GB 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法”。

——删除了 ISO 原文中 5.1 d) 临床应用试验的内容。

——删除了 ISO 原文中 5.5 临床应用试验的相关内容。有关医疗器械的临床试验,应按国家有关规定执行。

——参考文献 删除了 ISO 原文中有关临床试验的参考文献。

——增加了附录 B、附录 C 和附录 D 三个资料性附录。

本标准中附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 为资料性附录。

本标准由国家食品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。

本标准负责起草单位:北京大学口腔医学院口腔医疗器械检验中心。

本标准参与起草单位:3M 中国有限公司。

本标准主要起草人:林红、郑刚、徐永祥、郑睿、吴东、张晓辉。

引 言

粘接在修复牙科学中日益重要,这就需要得到声称能与牙齿结构粘接的材料的相关性能的信息。在缺少相对应的临床试验时,更多重点放于粘接强度的实验室评价。实验室评价的粘接强度虽然不能精确预测临床情况,但是对于产品批量质量控制也许有用。

粘接材料已被用于多种类型的牙齿修复和预防工作中。即使在大部分环境中粘接力可以定义为拉伸、剪切或者是这些的组合,但是还没有特定的实验室或者临床试验方法可以确定粘接材料在所有不同临床应用时的有效性。

因而,本标准试图尽可能对用于证实牙科材料和牙齿结构之间粘接效果或质量的不同实验室操作程序进行标准化。通过获得具体试验体系的经验,探寻材料实验室性能和临床性能之间的关系。

牙科材料 与牙齿结构粘接的测试

1 范围

本标准适用于指导(粘接)基底物的选择、储存和操作,并给出了用于检测口腔修复材料和牙齿结构(即牙釉质和牙本质)间粘接质量的各种试验方法的本质特征。本标准详细阐述了两种粘接强度(拉伸和剪切)测量试验、一种充填物周围边缘间隙测量试验和一种微渗漏试验,还提出了一些测量粘接强度的特定试验方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9258.1—2000 涂附磨具用磨料 粒度分析 第1部分:粒度组成(ISO 6344-1-1998, IDT)

ISO 3823-1:1997 牙科用旋转器械 牙钻 第1部分:钢制牙钻和硬质合金牙钻

3 术语与定义

下列术语和定义适用于本标准,也可参见参考文献^[1,2]:

3.1

黏附 **adhere**

使形成黏着的状态。

3.2

黏着 **adherence**

通过界面力把两个表面固定在一起的状态。

3.3

被粘物 **adherend**

通过粘接剂被固定或拟固定到另一个物体上的物体。

3.4

粘接 **adhesion**

借助粘接剂,通过化学力、物理力或共同作用把两表面固定在一起的状态。

3.5

粘接剂 **adhesive**

能把材料固定在一起的物质。

3.6

粘接强度 **bond strength**

使粘接剂/被粘物界面内或附近的粘接发生破坏时单位粘接面积需要的力。

3.7

微渗漏 microleakage

修复材料和洞壁间的物质通道,这些物质如唾液、离子、化合物或细菌副产物等。

3.8

(粘接)基底物 substrate

粘接或涂层时,粘接剂可以在其表面铺开的材料。

4 取样

试验材料应来自同一批次,其数量应满足所有计划试验的需要。

5 测试方法

5.1 总则

本标准描述了不同类型试验的基本特征:

- a) 粘接强度的测试——拉伸和剪切;
- b) 与牙本质粘接的间隙测量试验;
- c) 微渗漏试验。

详细阐述了被粘物的选择、储存和操作的具体规定。同时对在粘接强度测试中使用的设备给出了通用指南。并不推荐对每种材料都进行所有试验,因为有一些试验可能并不适用。然而,即使实验室试验具有高的质量和精密性,粘接剂的性能最终仍必须由临床应用试验来确定。

如无特殊说明,本标准中所指蒸馏水均为3级水(GB/T 6682—2008)。

5.2 粘接强度试验

5.2.1 概要

粘接材料在口腔内具有多种用途。试验的选择必须根据材料的预期应用进行考虑。本标准规定了两种类型的试验:拉伸和剪切。另外,还描述了几个不同情况,例如以薄膜和糊状的形式进行应用,在湿环境下时间长短的应用。正确评价一种材料的粘接强度有可能需要一系列的试验。当测试粘接强度时,原始数据是力的单位(牛顿),有必要转换成应力的单位——即单位面积的力,单位为兆帕。因此,应用粘接材料时,控制粘接面的面积和平滑性至关重要。

测量一个粘接体系的拉伸强度或剪切强度需用很多装置。对于小而且有时易碎的试样,选择合适器具非常关键,具体要求如下:

- 能够在装置和万能材料试验机内放置牙齿/材料试样,且测试前不会对试样施加载荷(拉伸、弯曲、剪切或挠曲);
- 具有坚硬的结构以防止装置的弹性变形(或移位)和与试验机的接合;
- 对于拉伸试验,能够施加缓慢且均匀的拉伸载荷并能调整试样以避免不均匀应力的加载;
- 对于剪切试验,能够在试样明确界定的面积和位置上施加载荷,确保试样在加载直至断裂过程中都处在准确的位置,确保加载器(剪切刀)在运动过程中具有小的摩擦力。

5.2.2 牙齿及储存

5.2.2.1 (粘接)基底物

粘接强度测试中应选用恒前磨牙/磨牙或年龄不超过5岁的牛下切牙。

当测量人牙本质的粘接强度时,应使用颊面的表层牙本质(即尽可能接近牙釉质)以减少变异。如果可能,最好用16~40岁人的第三磨牙。

5.2.2.2 牙齿拔除后的时间

越来越多的证据表明牙齿拔除后,牙本质发生的变化会影响粘接强度的测量,因粘接材料类型的不同其影响效果也不同。理想情况是牙齿拔除后立即测量粘接强度,但这通常是不现实的。大多数牙齿的变化发生在牙齿拔除后的最初几天或几周。因此,可以使用拔除后1个月但不超过6个月的牙齿。

注:牙齿拔除后6个月或以上,牙本质蛋白会发生变性。

5.2.2.3 牙齿的条件

用于粘接强度测试的牙齿应是无龋,最好是未修复过的人牙。但是,也可以使用在非粘接试验区域有小且表浅修复的牙齿。不能使用已根管充填的牙齿。

虽然一些证据已表明不同牙位的牙齿的牙釉质或牙本质粘接效果不同。但是,既不可能完全控制像捐赠牙齿的患者的年龄、文化和饮食习惯或健康状况这样的差异因素,也不可能使牙齿的结构和成分标准化。

5.2.2.4 牙齿的储存

牙齿拔除后立即用流水彻底清洗。对于人牙,最好由临床医生除去所有血液和附着组织。使用牛牙时,应机械去除牛牙髓腔中的软组织。

然后把牙齿放于蒸馏水中,或在0.5%的三水氯胺T抑菌剂/杀菌剂溶液中最多放置1周,之后放于蒸馏水中,置于冰箱中4℃冷藏或低于-5℃冷冻。储存介质应定期更换以减少变质。不能使用其他化学试剂,因为它们可能被牙齿结构吸收并改变牙齿结构。

5.2.2.5 牙齿表面制备

牙齿表面要求为一个标准、可重现的平坦表面,且应时刻保持湿润。牙齿表面暴露在空气中几分钟即可导致粘接特性的不可逆改变。牙本质对失水尤其敏感。

在牙面制备过程中,为了控制表面角度和磨平,应使用牙科石膏或自凝树脂将牙齿包埋固定在固位装置中。

树脂的吸收和聚合热可能会对牙齿产生不利影响。应使用凝固缓慢的黏稠树脂。应将牛牙髓腔堵塞(如:用蜡)以防止树脂渗入牙本质。

确保牙齿有一定形状、倒凹、洞或固位钉,以使牙齿在包埋固位介质内获得更可靠的固位。包埋时,牙齿欲磨平、抛光和粘接的部分应高于包埋材料表面,以防止抛光时包埋材料的碎屑污染牙齿表面。把包埋的牙齿尽快放于(23±2)℃水中。

树脂包埋的试样应放在水中。石膏材料包埋的试样应放在100%相对湿度下。

流水下在GB/T 9258.1标准规定的P600[颗粒尺寸中值为(25.8±1)μm]的碳化硅砂纸上将牙齿磨出一个标准表面。

用固定于坚硬平台上的湿碳化硅砂纸磨平暴露的牙齿表面。直到用2倍的放大镜观察表面达到平坦、光滑。若髓腔已穿孔则弃之不用。

5.2.2.6 粘接剂的应用

牙齿表面应按厂家说明书进行预处理,为粘接材料的应用做准备。如果厂家未给出说明,应先流水冲洗10s,应用粘接材料前立即用滤纸或无油压缩空气轻吹除去表面可见水。按厂家说明书混合(如需要)、使用粘接材料。这一过程应在环境温度为(23±2)℃,相对湿度(50±5)%下操作。

5.2.3 结果处理

拉伸试验或剪切试验中测得的粘接强度,一般表现出较大变异系数(20%~50%),需要用适当的方法进行统计学检验。如果变异高于50%,建议彻底检查整个过程。

粘接强度的结果取决于合理的统计方法和足够数量的样本。如果数据符合正态分布,可以计算平均值、标准差和变异系数。可通过方差分析(ANOVA)比较平均值。然而,粘接试验的结果常常不符合正态分布。采用通过Weibull分布函数的计算得出的失效概率方法可为多种材料的比较提供适宜的方法。

法^[3]。可以方便地使用材料 10%(Pf10)和 90%(Pf90)失效概率的强度表述其粘接强度。为了采用 Weibull 统计分析,每组至少需要 15 个样本。

5.2.4 拉伸粘接强度

5.2.4.1 一般要求

为粘接强度的拉伸试验设计试验设备和试样制备时,需要考虑两个关键因素。

- a) 作用于试样上的拉伸力的对准;
- b) 粘接面积的准确限定。

5.2.4.2 对准

试验器具应确保(粘接)基底物和粘接材料之间对准,即施加的拉伸力应与磨平的被粘物表面成 90°角(垂直)。试验器具和万能试验机的十字头之间的连接可采用万能关节、链或绳。

5.2.4.3 粘接材料和(或)糊状被粘接材料

若拟将粘接剂以薄膜状和糊状被粘接材料一起使用,或者仅使用糊状粘接材料本身时,限定粘接面积非常重要。这可通过材料固定装置实现,此固定装置有与牙齿表面接触的锐利边缘,可在牙齿表面的粘接材料固化前稳定材料。

对于光固化粘接或被粘接材料,固定装置应能为固化光线提供充分通过的通道(即固定装置由部分透光或全透光材料制得)。

当材料固定装置可多次使用时,需在其内表面涂布脱模剂,避免涂在装置边缘。将固定装置牢固放于牙齿的准确位置上,用粘接材料或被粘接材料充满固定装置至稍过量。确保材料固定装置在材料固化过程中与牙齿表面正确对准并接触。材料固定装置的放置应在厂家规定的粘接材料工作时间内完成。

5.2.4.4 可形成薄膜/薄层的粘接材料和预成柱状被粘接材料

当使用一个预成柱作为被粘接材料时,在磨平的试验牙齿表面粘贴一片不与粘接剂反应的胶带,此胶带上与预成柱接触面积尺寸相同的孔。在胶带上的孔内的牙齿表面上涂布一薄层粘接材料,把被粘接柱放进孔中与孔内粘接材料接触。精确固定柱的位置,对准后在柱顶上施加 10N 压力,持续 10s。从材料的应用到柱的固定的整个过程应在厂家规定的工作时间内完成。固化后除去胶带,不要在粘接试样上施加任何不良应力。也可见 5.2.5.3.2。

5.2.4.5 试样的储存

试样应在(23±2)℃下制备,试验前存放于(37±2)℃水中。正常情况下存于水中 24h 足以辨别材料是否耐湿。在加速老化试验中可用 5℃和 55℃间的冷热循环。水中长时间储存可显示粘接的持久性。

推荐程序如下:

- 1 型试验:短期试验,在 37℃水中储存 24h 后进行。
- 2 型试验:冷热循环试验,在 37℃水中储存 20h~24h 后,再在 5℃和 55℃水浴中循环 500 次。
在每一水浴中至少停留 20s,两水浴间的转移时间应是 5s~10s。
- 3 型试验:长期试验,在(37±2)℃水中储存 6 个月后进行。

试样从水中取出后应立即测试粘接强度。

5.2.4.6 拉伸载荷

试验应在环境温度(23±2)℃,相对湿度为(50±5)%的条件下进行。将拉伸试验试样安放在试验装置中。在安放过程中不要对粘接材料施加任何的弯曲和旋转力。按 5.2.4.7 施加拉伸载荷。

5.2.4.7 粘接破坏的加载速率

测试粘接试样时,推荐的标准速率为十字头速度(0.75±0.30)mm/min 或加载速率(50±2)N/min。

注:不同试验机和粘接装置的刚度有较大差别,因此加载速率比十字头速度更有意义。

5.2.5 剪切粘接强度

5.2.5.1 一般要求

为剪切粘接强度的试验设计试验设备和试样制备时,需要仔细考虑两个关键因素。

- a) 粘接面积的准确限定;
- b) 器具和试样组件应具有允许重复施加剪切力的位置,而且该位置应尽可能贴近每一试样的粘接界面。

5.2.5.2 牙齿表面制备

见 5.2.2.5。

剪切粘接强度试验中,为避免形成弯曲力矩,预备的牙齿表面突出于包埋材料上表面应不超过 1mm(参见 5.2.2.5)。

5.2.5.3 粘接材料的应用

5.2.5.3.1 粘接材料和(或)糊状被粘接材料

若拟将粘接剂以薄膜状和糊状被粘接材料一起使用,或者仅使用糊状粘接材料本身时,限定粘接面积非常重要。可以通过合适的装置(图 2)把聚四氟乙烯或其他适宜材料制成的对开模具(图 1)牢牢地固定到牙齿试样上。另外,也可在牙齿表面贴上带有与粘接面积具有相同几何形状和尺寸的孔的胶带,但应确保粘接材料不影响胶带。

按照厂家说明书,在胶带的孔内牙齿表面上涂布粘接剂。如果使用了胶带,把对开模具放于胶带孔上并夹紧。沿粘接剂的接触面,将被粘接材料充填于对开模具中,尽量避免混入空气。固化后,将试样从器具中取出,去除胶带,此过程中不要对试样施加任何不良应力,如:剪切、弯曲或旋转应力等。

5.2.5.3.2 可形成薄膜/薄层的粘接材料和预成柱状被粘接材料

当使用预成柱作为被粘接材料时,按照 5.2.4.4,在试验牙齿表面贴上一个不与粘接材料反应的胶带。在胶带的孔内涂布一薄层粘接材料,把被粘接柱准确地放于孔上。在必需的固化时间内,把柱固定在准确的位置上并尽可能与牙齿表面成 90° (垂直),在柱顶施加 10N 压力,持续 10s。从材料的应用到柱的固定的整个过程应在厂家规定的工作时间内完成。固化后除去胶带,不要对粘接试样施加任何不良应力。为控制预成柱长轴与牙齿表面的角度,可将预成柱安装并固定在与 5.2.5.3.1 中用于制备试样相同的器具内(图 1 和图 2 中的对开模具和器具)。也可见 5.2.4.4。

5.2.5.3.3 糊状粘接材料

按 5.2.5.3.1 描述,在对开模具中全部充填粘接材料。

5.2.5.4 试样的储存

见 5.2.4.5 中 1 型、2 型和 3 型试验,分别为短期、冷热循环和长期储存试验。

5.2.5.5 剪切载荷

把试样放在加载台上。为了防止在加载过程中试样移位,把试样固定于准确的位置上,并使粘接界面在剪切刀刃 0.5mm 内。安装加载平台于万能试验机内,所加载荷与 5.2.4.6 一致。

5.2.5.6 加载速率

见 5.2.4.6。

5.3 与牙本质粘接的间隙测量试验

5.3.1 概述

间隙测量试验是检测一种粘接材料能否有效把充填材料粘于牙本质上的另一种方法^[4]。该试验涉及牙齿窝洞的实验室制备和随后的试验材料或组合材料的充填。随后将修复体和牙齿片切或研磨,暴

露窝洞壁/修复体界面。

如果充填材料放置正确,在充填材料周围形成间隙的主要原因是修复材料体系的聚合收缩。牙本质粘接剂就是为了抵抗此聚合收缩力,如果该抵抗力完全有效则不会有间隙形成。

如果粘接力仅能抵抗部分聚合收缩力,则在粘接界面破坏前,一些聚合收缩将以外尺寸的变化形式表现出来。因此,与形成较大间隙者相比,形成小间隙者代表较好的粘接效果。此试验还可用来评价完成修复后不同时间的粘接效果。

如一特定粘接剂被推荐用于特定的修复材料,则应对这一特定的组合进行测试。该试验对操作技术敏感,试验者必须能熟练制备牙齿窝洞,同时在使用和操作试验过程中涉及的全部材料方面应有良好的训练^[4]。

为了减少温度变化的影响,试验应在 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的环境下进行。

5.3.2 牙齿和储存

见 5.2.2。

5.3.3 窝洞制备

试验前牙齿应放在 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 蒸馏水中至少 12h。

在固定于坚硬平台上的湿碳化硅砂纸(见 5.2.2.5)上磨平牙齿颊面,暴露直径至少为 4mm 的牙本质区域。使用无横切的平头碳化钨直裂钻(ISO 3823-1:1997 5.3.2.4),在大约 4000r/min、流水冷却下,制备一直径 $(3.0\pm 0.1)\text{mm}$ 、深约 1.5mm、洞面角约为 90° 的牙本质窝洞。在 5 倍放大镜下观察窝洞,确保整个洞面边缘被牙本质包绕。

5.3.4 充填步骤

应严格按照厂家说明书操作,包括选择其他必要材料和为完成整个充填程序所需的其他必要步骤。

注:在窝洞内注射高黏性材料可减少沿洞壁埋入气泡的风险。

5.3.5 试样的储存

充填完成后,把试样存放于 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的蒸馏水中。欲检测粘接剂初始阻止修复材料收缩产生间隙的有效性,应在储存 $(10\pm 2)\text{min}$ 时检查试样。对粘接剂的长期有效性进行评价,选择其他储存时间更合适。

5.3.6 间隙测量

在中位粒度为 $8\mu\text{m}$ 的湿碳化硅砂纸上(P2500, GB/T 9258),轻轻磨去充填物和牙齿表面约 0.1mm。试样表面应在 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 下始终保持湿润。

用水枪彻底冲洗试样表面,去除间隙内的碎屑。用测量显微镜观察窝洞壁周围,测量最大间隙的最大宽度。应在牙齿/充填物表面没有脱水(例如在含水的容器内)的情况下进行测量。至少检测 10 个窝洞。

5.4 微渗漏试验

5.4.1 概述

微渗漏试验是检测一种材料或材料复合物与牙釉质和牙本质粘接效果的另一种方法。试验方法很多,但是结果也各不相同。因此,为了使来自不同实验室的结果具有可比性,需要对这些方法进行标准化。基于此,对牙齿的质量、窝洞的类型和渗漏的定量等的标准化很重要。示踪物质的类型不是最重要的,放射性示踪剂除外,因它既可以显示沿不密合界面的渗漏,也可显示水沿密合界面的扩散。

5.4.2 牙齿和储存

见 5.2.2。

5.4.3 窝洞制备

试验前牙齿应放在 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 蒸馏水中至少 12h。

研究渗漏时,可以使用几种洞型。检测一种特定材料或组合材料预防渗漏的效果时,应使用在第三磨牙颊面中央的标准窝洞,窝洞直径 3mm,深度至少深及牙本质内 1mm。

用高速柱状金刚石钻针在牙釉质内开始窝洞制备。最后用无横切的平头碳化钨直裂钻(ISO 3823—1:1997 5.3.2.4)在大约 4000r/min、流水冷却下使窝洞直径达 (3 ± 0.2) mm。

若只对仅由牙本质围绕的窝洞感兴趣,则按照 5.3.3 描述的步骤制备。应至少检测 10 个窝洞。

5.4.4 充填步骤

见 5.3.4。

5.4.5 试样的储存

充填完成后,立即将试样浸入示踪液内, $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 下储存 24h。

如果试验的一部分是观察冷热循环的影响,则在 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 下储存 24h 后按 5.2.4.5 开始冷热循环。冷热循环后,把牙齿浸入示踪液中 10min。

5.4.6 微渗漏的测量

用低速金刚石锯在水冷却下在窝洞中线的两侧把牙齿纵向各切一刀。如果可能的话,对所有四个面的微渗漏记分。在 10 倍的放大镜下沿窝洞壁观察示踪剂的渗透情况。

正常情况下,使用如下量化标准:

- 无渗透=0;
- 渗入洞壁内牙釉质部分=1;
- 渗入洞壁内牙本质部分但未达窝洞髓底=2;
- 渗入达窝洞髓底=3。

如果只使用牙本质窝洞,使用如下量化标准:

- 无渗入=0;
- 渗入牙本质/材料界面内,但不包括窝洞髓底=1;
- 渗入达窝洞髓底=2。

5.4.7 结果处理

当比较不同产品或操作步骤时使用非参数统计方法计算观察的数据。

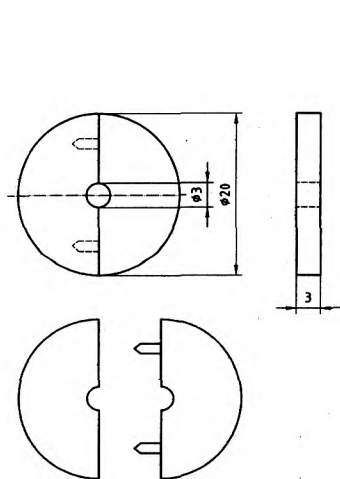
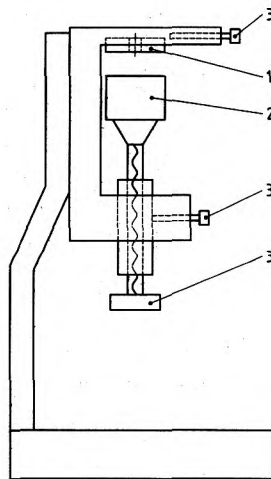


图1 对开模具



注:1—对开模具;2—牙齿固定器;3—固定螺丝。

图2 将对开模具固定于牙齿试样上的装置

附录 A
(资料性附录)
粘接强度测量的试验方法

A.1 概述

附录 A 给出了几个已出版的粘接强度试验的例子,并对试验原理做了简要描述。

A.2 拉伸试验

A.2.1 Kemper 和 Killian 试验

该试验在试样制备和检测中,使用了多部件试验器具以确保对准,这些器具包括固定材料和牙齿的装置(牙杯,材料杯),粘接对准块,测量对准块以及与万能试验机相连接的一系列小柱等。对于光固化材料应制作特定的透明固定装置。此方法已被应用在几个已公开的试验中^[5,6]。

A.2.2 Bencor 试验

此试验基于一商业用的仪器(Bencor multi-T 试验仪器),可使试样和拉伸试验的操作处于可控制的(对准)条件下。它使用了在 A.2.1 中描述的部分原理。其材料固定装置(金属)允许使用光固化材料^[7]。

A.2.3 Dumb-bell 试验

此试验使用哑铃形试样,粘接面截面为矩形,由较大的牙齿/粘接剂复合树脂试样切割而成,可较好地控制粘接面积和引导粘接界面的断裂。试样的粘接面积被限制在 $3\text{mm} \times 2\text{mm}$,称为“迷你哑铃”,可对粘接面和粘接机制提供更多的信息^[8,9]。

A.2.4 微拉伸试验

粘接强度的拉伸试验使用粘接面积大约 1mm^2 的沙漏状试样。较小的粘接面积意味着具有较少的缺陷,可以更有效地测量粘接强度^[10,11]。

A.3 剪切试验

A.3.1 Noguchi 试验

此试验使用了一个简单夹具,用于粘接组件的剪切试验。粘接组件由一用以固定试样的带孔滑块和一个剪切刀导板组成。剪切刀有三个不同直径的圆孔以适合不同大小的试样。剪切刀具有 0.5mm 的钝切缘。整个滑块可以放在试验机的平台上,载荷直接加载于剪切刀上^[12]。

A.3.2 Watanabe 试验

单面剪切试验由两个平板组成,一个用来固定被粘物,另一个用于固定和加载粘接剂/被粘接材料,二者都被刚性固定到位。剪切板通过由薄板组成的两个对准装置固定在万能试验机上,薄板用来引导剪切力通过粘接区域并施加拉伸负荷^[13,14]。

A.3.3 按照 ISO 10477 的剪切试验

与 ISO 10477《牙科学 聚合物基冠桥材料》的一致,此剪切试验用来检测聚合物基冠桥材料粘于牙科合金的强度,和 A.3.1 中的试验具有相同的原理,已被用于检测牙科材料对牙齿结构的粘接强度^[15]。

A.4 其他粘接强度试验

断裂韧性试验是被设计为用于检测使粘接结合破坏所需能量的一种更可控的试验。它由一个放于特定固定装置的无缺口三棱柱试件组成,包括一个制备试样的模块^[16,17]。

附 录 B
(资料性附录)
拉伸粘接强度测试方法

B.1 概述

附录 B 给出了检测口腔修复材料和牙齿结构间粘接的拉伸粘接强度测试方法。

牙齿的选择、储存和操作等内容见正文 5.2.2。

B.2 拉伸粘接强度**B.2.1 拉伸粘接柱的预备**

选择直径 6mm 左右,长 10mm~15mm 粘接柱,距柱的一端约 3mm 处有一个垂直柱长轴的贯通孔,用于放置牵引线,柱的另一端磨平(粘接面),不能出现斜面。若采用金属柱,则用 500 μ m(35 目)砂粒喷砂处理金属柱粘接端面或按生产厂规定的方法处理粘接端面。然后将粘接柱放入蒸馏水中,超声清洗 2 次,每次 5min。

B.2.2 拉伸粘接试样的制备

拉伸粘接试样的制备见正文 5.2.4。

将一带有直径为 4mm 圆孔的单面胶、带粘于处理过的牙齿表面。在显微镜下测量互相垂直方向的圆孔的直径,取平均值,精确到 ± 0.01 mm。

B.2.3 粘接强度的测试

将一细金属线穿过粘接柱的孔中,粘接组件放入试验机拉伸强度夹具中,拉伸载荷见正文 5.2.4.6。

根据下式计算拉伸粘接强度:

$$F = \frac{4P}{\pi d^2}$$

式中:

F —拉伸粘接强度,MPa;

P —施加的最大荷载,N;

d —圆形粘接面的直径,mm。

附 录 C
(资料性附录)

剪切粘接强度测试方法(一)
限定剪切力方向的剪切试验

C.1 概述

附录 C 给出了限定剪切力作用方向的牙齿表面剪切粘接试验方法。推荐在评价粘接材料与牙釉质间的粘接强度时,采用该方法。

牙齿的选择,储存和操作等内容见正文 5.2.2。

牙齿包埋时应注意两点。

- a) 确认牙齿长轴在包埋物中的方向;
- b) 在包埋物外侧分别标记牙齿根尖和切缘的位置。

C.2 剪切粘接试样制备

剪切粘接试样按以下步骤制备:

- 按照说明书的要求,对牙齿表面进行预处理;
- 准备用于限制粘接面积的圆孔胶带,胶带的厚度 $<0.2\text{mm}$,圆孔直径可在 $3.5\text{mm}\sim 4.5\text{mm}$ 之间选择。从圆孔胶带四周向圆孔剪四个缺口,但不与圆孔贯通,以便粘接试样制备完成后,能够顺利将胶带拆除;
- 将限制粘接面积的圆孔胶带贴在牙齿表面;
- 将粘接剂涂布在胶带的圆孔内,并按照说明书的要求进行处理;
- 在圆孔胶带表面放置用于充填复合树脂的聚四氟乙烯圆孔模具,为了确保复合树脂小柱的直径不小于限定的粘接面积,模具的圆孔直径应比胶带的圆孔直径大 0.5mm ;
- 按照说明书的要求向圆孔模具内充填复合树脂,并使其固化;
- 将粘接试样放入 $37^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴,浸泡 24h 备用;
- 试验前拆除圆孔胶带。

C.3 剪切粘接强度试验

C.3.1 器具

剪切试验器具具有固定试样和对试样施加剪切力的功能。器具的主要结构与本标准附录 D 推荐的剪切试验装置相同,仅剪切刀不同于附录 D 的三圆孔剪切刀,而是采用水平切刃的剪切刀,切刃的宽度为 1mm (图 C.1,图 C.2)。

C.3.2 粘接试样的固定

有研究表明,经打磨后牙釉质表面的釉柱排列方向趋向一致,使得牙釉质表面的剪切粘接强度与施加剪切力的方向有关,根尖方向的剪切强度大于切缘方向的剪切强度。为了准确控制剪切力的施加方向,在固定粘接试样时,应按照试样包埋物外侧的标记,选择剪切力施加方向。试样被固定后,应使选定的受力方向与剪切刀的运动方向一致。

固定粘接试样时,应保证能够使剪切刀的直边尽量贴近粘接面,但试验时不会接触到复合树脂小柱以外的物体。

C.3.3 剪切试验

剪切试验在万能力学试验机上进行,将剪切试验器具放置在试验机的两平行台面之间,上台面使剪刀向下运动,对试样施加剪切作用。上台面与剪切刀接触时,应保证对试样无冲击作用。试验速度见正文 5.2.4.7。

根据下式计算剪切粘接强度:

$$\tau = \frac{4P}{\pi d^2}$$

式中:

τ —剪切强度,MPa;

P —施加的最大载荷,N;

d —圆形粘接面的直径,mm。

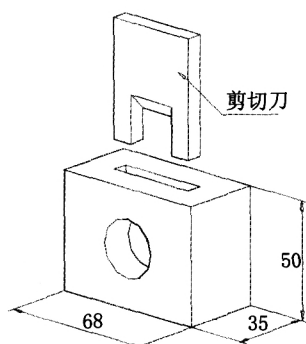


图 C.1 剪切试验器具

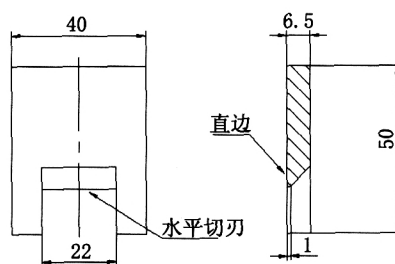


图 C.2 剪刀

附录 D
(资料性附录)
剪切粘接强度测试方法(二)

D.1 概述

附录 D 给出了检测口腔修复材料和牙齿结构间粘接的一种剪切粘接强度测试方法。
牙齿的选择,储存和操作等内容见正文 5.2.2。

D.2 剪切粘接强度**D.2.1 剪切粘接试样的制备**

剪切粘接试样的制备见正文 5.2.5。

D.2.2 剪切粘接强度的测试

将制备好的试样放入测剪切强度导向槽的孔中(图 D.1),并使其紧贴滑块,然后旋紧固定试样的螺丝,再将其放入试验机的加荷装置两板之间,沿滑块方向加荷。剪切载荷见正文 5.2.5.5。

根据下式计算剪切粘接强度:

$$\tau = \frac{4P}{\pi d^2}$$

式中:

τ — 剪切强度,MPa;

P — 施加的最大载荷,N;

d — 圆形粘接面的直径,mm。

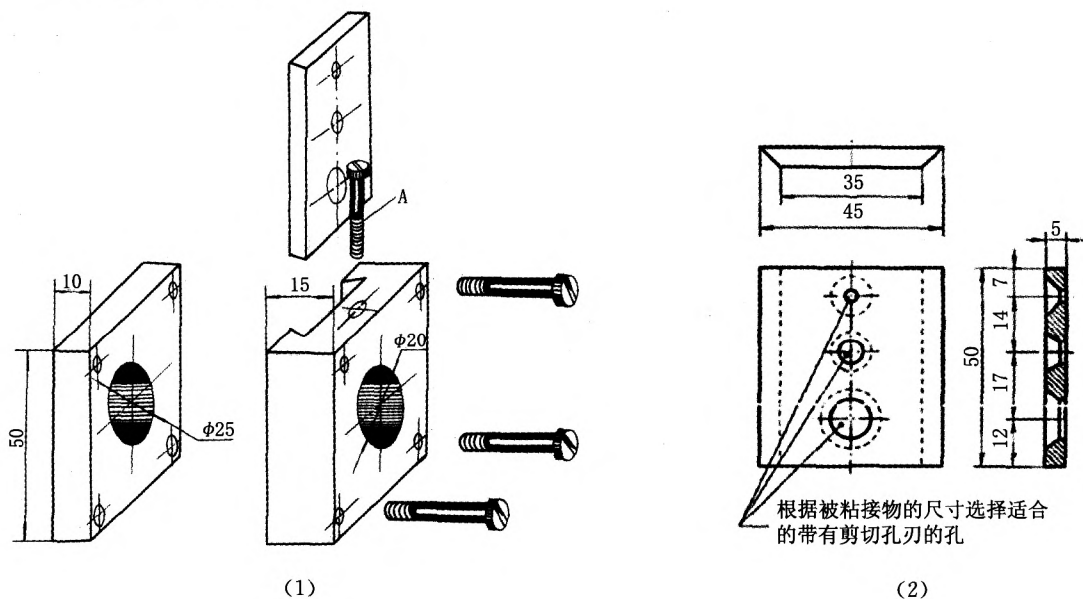


图 D.1 剪切加载装置组合分解示意图

参 考 文 献

- [1] Compilation of ASTM Standard Definitions. 5th ed. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, USA, 1982
- [2] ISO 6354, Adhesives-Vocabulary
- [3] MCCABE, J. F. and WALLS, A. W. G. The treatment of results for tensile bond strength testing. *J Dent*, 1986, 14: 165-168
- [4] HANSEN, E. K. and ASMUSSEN, E. Comparative study of dentin adhesives. *Scand. J. Dent. Res.*, 1985, 93: 280-287
- [5] KEMPER K. and KILLIAN, R. New test system of tensile bond strength testing. *J. Dent. Res.* 1976, 55: Special Issue B, 148, Abstract 308
- [6] ØILO G. and AUSTERHEIM, E. In vitro quality testing of dentin adhesives. *Acta Odontol Scand.*, 1993, 51: 263-269
- [7] DRIESSEN C. H. and COETZEE, W. J. C. Advanced testing device to evaluate characteristics of dental materials; The Bencor Multi-T. *Transactions for the Second International Congress on Dental Materials*, 1993; p. 274; Abstract 136
- [8] NAKABAYASHI, N., WATANABE, A. and ARAO, T. A tensile test to facilitate identification of defects in dentine bonded specimens. *J. Dent.*, 1998, 26: 379-385
- [9] ARAO, T. and NAKABAYASHI, N. Effect of miniaturized dumbbell-shaped specimen to identify bonding of resin to bovine dentin. *J. Jpn. Dent. Mater.*, 1997, 16: 175-181
- [10] SANO H., et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-Evaluation of a micro tensile bond test. *Dent. Mater.*, 1994, 10: 236-240
- [11] PHRUKKANON, S., BURROW, M. F. and TVAS, M. J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the micro-tensile bond test. *Dent. Mater.*, 1998, 14: 212-221
- [12] NOGUCHI, H., et al. Evaluation of Japanese dental adhesives. *J. Dent. Eng.*, 1982, 60: 16-27
- [13] WATANABE, L. G., MARSHALL, G. W. and MARSHALL S., Dentin shear strength: Effects of tubule orientation and intra tooth location. *Dent. Mater.*, 1996, 12: 109-115
- [14] WATANABE, L. G., MARSHALL, G. W. and MARSHALL S. J., Variables influence on shear bond strength testing to dentin. *Advanced Adhesive Dentistry, 3rd International Kuraray Symposium*. Ed. Tagami J, Toledano M, Prati C. Granada International Symposium: Kuraray CO. Ltd., 1999, pp: 75-90
- [15] ISO 10477, Dentistry-Polymer-based crown and bridge materials
- [16] RUSE, N. D., TROCZYNSKI, T. MACENTEE, M. J. and FEOUIK, D., Novel fracture toughness test using a notchless triangular prism (NTP) specimen. *J. Biomed. Mater. Res.*, 1996, 31: 456-463
- [17] Quality Evaluation for Dental Care, Guidelines for the assessments of clinical quality and professional performance. Californian Dental Association, L. A., USA, 1979

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
牙 科 材 料

与牙齿结构粘接的测试

YY/T 0519—2009

*

中国医药科技出版社出版发行
北京市海淀区文慧园北路甲 22 号
邮政编码:100082

网址 www.cmstp.com

电话:发行:010—62227427 邮购:010—62236938

三河市腾飞印务有限公司印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 32 千字

2011 年 5 月第一版 2011 年 5 月第一次印刷

*

书号:145067·47 定价 20.00 元

如有印装差错 由本社发行部调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)62214756