

杜仲胶复合义齿软衬材料的研制及细胞毒性检测

罗恒^{1,2}, 高海¹, 许雪飞³, 冯云枝²

(1.南方医科大学口腔医院 口腔修复科, 广东 广州 510280;

2.中南大学湘雅二医院 口腔中心, 湖南 长沙 410011;

3.广州医科大学附属第二医院 药学部, 广东 广州 510220)

[摘要] 目的: 利用杜仲胶的优良特性, 制备高弹性杜仲胶复合义齿软衬材料, 检测其相关物理学性能和细胞毒性, 探讨用于临床的可能性。方法: 参考现有弹性杜仲胶配方和医用橡胶配方, 以硬度、拉伸强度和断裂伸长率为力学性能观察指标, 确定材料各主要成分的种类和用量, 制备杜仲胶复合义齿软衬材料。应用四甲基偶氮唑蓝(MTT)方法, 检测和比较各组杜仲胶复合义齿软衬材料、丙烯酸自凝软衬材料和 Silagum 硅橡胶义齿软衬材料的 50% 浸提液对体外培养细胞 L929 的毒性作用, 采用 SPSS 16.0 软件包对数据进行统计学分析。结果: 橡胶基质的种类和加入共混比例对杜仲胶复合义齿软衬材料的力学性能有显著影响, 加入杜仲胶显著提高了顺丁橡胶的生胶强度, 硬度、拉伸强度和断裂伸长率随之升高。MTT 检测结果显示, 各组杜仲胶复合义齿软衬材料对 L929 细胞无毒性, 与丙烯酸自凝软衬材料和 Silagum 硅橡胶义齿软衬材料相比, 5 组杜仲胶复合义齿软衬材料在 2、4、7 d 时的毒性级别基本维持在 1 级, 仅 70:30 组在 7 d 时达到 2 级。Silagum 硅橡胶软衬材料和各组杜仲胶复合义齿软衬材料在 2、4、7 d 时的细胞相对增殖率均显著高于同等条件下的丙烯酸自凝软衬材料($P<0.05$)。结论: 杜仲胶与顺丁橡胶共混比例为 70:30 时, 适量添加氧化锌、氧化镁、硬脂酸、升华硫、促进剂 CZ、防老剂, 可制备出力学性能适宜的高弹性杜仲胶复合义齿软衬材料。杜仲胶复合义齿软衬材料对体外培养的小鼠成纤维细胞 L929 无毒性, 初步认为其生物相容性良好。

[关键词] 杜仲胶; 软衬材料; 力学性能; 细胞毒性

[中图分类号] R783.1

[文献标志码] A

DOI: 10.19439/j.sjos.2019.04.008

Preliminary development and cytotoxicity of Eucommia ulmoides gum composite soft denture liner LUO Heng^{1,2}, GAO Hai¹, XU Xue-fei³, FENG Yun-zhi². (1. Department of Prosthodontics, Stomatological Hospital, Southern Medical University, Guangzhou 510280, Guangdong Province; 2. Department of Stomatology, The Second Xiangya Hospital, Central South University, Changsha 410011, Hunan Province; 3. Department of Pharmacy, The Second Affiliated Hospital of Guangzhou Medical University, Guangzhou 510220, Guangdong Province, China)

[Abstract] PURPOSE: To prepare a soft lining material with high elastic on the basis of excellent characteristics of Eucommia ulmoides gum, and explore its basic physical performance and cytotoxicity. **METHODS:** Basic formula was used based on the existing formula of elastic Eucommia ulmoides gum and medical rubber, then hardness, tensile strength and elongation at break were investigated to determine the final formula of the material, named Eucommia ulmoides gum composite soft denture liner. L929 mouse fibroblasts cultured *in vitro* were used to detect the toxic effects of 50% of leaching solution released from three kinds of denture soft lining materials by MTT assay. Statistical analysis was performed using SPSS16.0 software package. **RESULTS:** The kinds and blending proportion of rubber matrix had significant impact on mechanical properties of Eucommia ulmoides gum composite soft denture liner, the addition of Eucommia ulmoides gum significantly increased the hardness, tensile strength and elongation at break of the butadiene rubber. MTT assay showed Eucommia ulmoides gum composite soft denture liner did not have cytotoxicity on L929 mouse fibroblasts. The toxicity levels of 5 groups of Eucommia ulmoides gum composite soft denture liner in the 2nd, 4th, 7th day were maintained in the first stage, only 70:30 group reached the second stage on the 7th day. The cell relative

[收稿日期] 2018-06-07; [修回日期] 2018-11-06

[基金项目] 广东省医学科研基金(B2019175)

[作者简介] 罗恒(1985-), 男, 硕士, 主治医师, E-mail: fuziluo@163.com

[通信作者] 冯云枝, E-mail: fyz660303@163.com

©2019 年版权归《上海口腔医学》编辑部所有

appreciation rate of Silagum and 5 groups of Eucommia ulmoides gum composite soft denture liner in 2nd, 4th, 7th day were significantly higher than that in the self-curing acrylic soft lining material ($P<0.05$). **CONCLUSIONS:** Eucommia ulmoides gum and butadiene rubber blend ratio of 70:30, adding appropriate amount of zinc oxide, magnesium, stearic acid, sublimed sulfur, CZ, antioxidants, can get optimum mechanical properties. Eucommia ulmoides gum composite soft denture liner has no effect on L929 fibroblasts proliferation, indicating good biocompatibility.

[Key words] Eucommia ulmoides gum; Soft denture liner; Mechanical properties; Cytotoxicity

Shanghai J Stomatol, 2019, 28(4): 378-383.

杜仲是世界上非常珍贵的植物,我国杜仲森林资源丰富,总量占到了全世界的95%,种植面积达400万亩,种植范围遍及全国,可种植范围远远超过三叶橡胶树,且不与农田争地^[1-2]。因此,国家正在积极推广杜仲的开发利用。

杜仲树的叶、皮及种子中富含杜仲胶,是我国特有的天然高分子资源,国际上习惯称为古塔波胶(gutta percha)或巴拉塔胶(balata)^[3]。杜仲胶是典型的柔性链高分子,软化点只有60℃左右,具备优良的操作加工性能,室温下质硬、耐摩擦、熔点低,并具有高度的绝缘性、耐水性、耐酸碱性、耐强烈溶剂性,可用于特殊材料及医用器材(如医用夹板、假肢套、护膝、腰托等)。此外,还具有较强的抗菌性,无传热、传寒性等^[4-5]。杜仲胶与天然橡胶的分子构成相同,均为 $(C_5H_8)_n$,但是分子链构型不同。天然橡胶是顺式-聚异戊二烯,而杜仲胶为反式-聚异戊二烯,两者互为同分异构体^[6],因此,杜仲胶又被称为“第二橡胶”。20世纪90年代,随着“反式-聚异戊二烯硫化橡胶制法”^[7]取得成功,将杜仲胶转化为高弹性体,开辟了更为广阔的应用前景。

本研究以杜仲胶为基础,加入一定量的顺丁橡胶等原料,制备高弹性复合材料,并对其性能进行初步研究。

1 材料与方法

1.1 材料

杜仲精胶(湘西老爹生物有限公司,数均相对分子质量18.5万,相对分子质量分布指数2.3,中南大学湘雅二医院药剂科);顺丁橡胶BR9000(中国石油化工有限公司北京燕山分公司);氧化锌分析纯(广东西陇化工股份有限公司);氧化镁分析纯(广东西陇化工股份有限公司);硬脂酸分析纯(天津科密欧化学试剂有限公司);升华硫化学纯(广东西陇化工股份有限公司);促进剂N-环己基-2-苯并噻唑次磺酰胺(湖南师范大学化学化工学院资源精细化与先

进材料湖南省高校重点实验室);防老剂BHT264(广州市力本橡胶原料贸易有限公司);RPMI1640培养基(美国HyClone公司);胎牛血清(杭州四季青生物材料有限公司);磷酸盐缓冲液(美国HyClone公司);0.125%胰蛋白酶消化液(上海碧云天生物工程有限公司);噻唑盐MTT(美国Sigma公司);二甲基亚砜(美国Sigma公司);小鼠成纤维细胞株L929(中南大学湘雅医学院细胞中心);丙烯酸自凝软衬材料(上海齿科材料厂);Silagum硅橡胶义齿软衬材料(德国DMG公司)。

1.2 杜仲胶复合义齿软衬材料的基础配方

参考现有弹性杜仲胶硫化制法和和医用橡胶配方^[8-9],拟定基础配方(表1)。

表1 自制杜仲胶复合义齿软衬材料基础配方

Table 1 Basic formula of Eucommia ulmoides gum composite soft denture liner

成分	份数(PHR)*
橡胶基质(杜仲胶、顺丁橡胶)	100
氧化锌	2
氧化镁	2
硬脂酸	5
升华硫	2.5
促进剂CZ	2.5
防老剂	1

注,*PHR(Parts per hundred resin)—橡胶质量为100份时,其他物质相对于橡胶质量的份数

1.3 试件制作

上述配方按照杜仲胶、顺丁橡胶、氧化锌、氧化镁、硬脂酸、含硫促进剂CZ的顺序依次加入,在炼胶机上于80℃混匀,然后对炼胶机降温;待炼胶机冷却至常温后,加入升华硫混匀,在2mm辊距下混合5次,1mm辊距下5次,约30min。直至基胶变得均匀、细腻。放置24h后,在液压机上于150℃下硫化30min成型,硫化压力为10MPa,待材料固化后脱模。

1.4 力学性能测试

将裁切成哑铃状的试件室温下放置 24 h 后,进行力学性能检测。按 GB/T 531.1-2008 标准测试试片的邵氏硬度。拉伸强度及断裂伸长率按 GB/T 528-2009 标准进行制样及检测。

1.5 细胞毒性检测

1.5.1 实验分组 杜仲胶复合义齿软衬材料按照杜仲胶与顺丁橡胶混炼比例分组,即杜仲胶/顺丁橡胶分别为 10:90(A 组)、30:70(B 组)、50:50(C 组)、70:30(D 组)、90:10(E 组)共 5 组。此外,设置 Silagum 硅橡胶软衬材料组、丙烯酸自凝软衬材料组、阳性对照组(重度毒性反应组)、阴性对照组(正常细胞培养组)和空白对照组(无细胞组,调零用),每组 5 孔。

1.5.2 实验步骤

1.5.2.1 试样制备 所有试样最终裁成直径 (10±0.1)mm、厚度(2.0±0.1)mm 的圆片,边缘光滑、无锐角,每种软衬材料制作 5 个试样。所有试样在蒸馏水中超声清洗 10 min,然后在 3 个大气压、120 °C 条件下消毒 30 min,室温下干燥 2 h 备用。

1.5.2.2 浸提液制备 将每个试样分别放于盛有 5 mL 含 10%胎牛血清的 RPMI1640 培养液中,放置在 37 °C、5%CO₂、湿度 95%下的培养箱内,24 h 后收集析出液。

1.5.2.3 小鼠成纤维细胞 L929 的培养 L929 经复苏后,置于 37 °C、5%CO₂ 培养箱,以含 10%胎牛血清的 RPMI1640 培养液培养,传代 2 次。当细胞长满瓶底的 80%左右时,进行细胞计数。

1.5.2.4 测定试样细胞毒性 用 0.25%胰蛋白酶消化上述对数期生长的 L929 细胞,配置成密度为 6.0×10⁴ 个细胞/mL 的细胞悬液。将悬液加入 96 孔板,然后将培养板置于 5%CO₂、37 °C、湿度 95%条件下的培养箱中培育 24 h。待细胞贴壁后,分别在各实验组细胞孔内加入 100 μL 50%的浸提液,在阴性对照组细胞孔加入 100 μL 新鲜培养液,阳性对照组细胞孔加入二甲基亚砜(DMSO)100 μL,置于培养箱中,在 37 °C、5%CO₂、95%湿度下培养,分别在 2、4、7 d 后各取出 1 块培养板,每孔中加入 20 μL MTT,继续孵育 4 h 后终止培养。吸去旧液,每孔立即加入 DMSO 150 μL,在振荡器上将培养板轻微振荡 15 min,并在室温下放置 10 min。最后放入酶标仪,在 490 nm 下检测每孔吸光度(A)值。RGR ≥ 100%、75%~99%、50%~74%、25%~49%、0~24%,分别对应细胞毒性等级 0、1、2、3、4 级。

1.6 统计学分析

采用 SPSS16.0 软件包进行统计学分析,数据以 $\bar{x} \pm s$ 表示,采用单因素方差分析,组间比较采用 Bonferroni 检验。 $P < 0.05$ 为差异具有显著性。

2 结果

2.1 力学性能测试

结果见表 2,当 EUG/BR 的比例介于 10:90 和 90:10 之间时,杜仲胶复合义齿软衬材料硬度、拉伸强度和断裂伸长率随着杜仲胶所占比例的增加而逐渐升高。

表 2 不同配比的橡胶基质对杜仲胶复合义齿软衬材料力学性能的影响($\bar{x} \pm s$)

Table 2 Effect of rubber matrix with different ratios on mechanical properties of *Eucommia ulmoides* gum composite soft denture liner($\bar{x} \pm s$)

EUG/BR 比例	邵氏硬度	拉伸强度(MPa)	断裂伸长率(%)
10:90 组	50.0±1.58	1.39±0.027	45.56±2.900
30:70 组	54.8±1.30	1.58±0.039	60.66±4.255
50:50 组	59.8±1.92	1.86±0.062	90.54±4.003
70:30 组	70.0±2.74	2.58±0.083	139.72±5.971
90:10 组	85.0±1.87	3.97±0.115	195.25±15.165
F 值	256.365	1046.433	35.247
P 值	0.000	0.000	0.000

2.2 细胞毒性测试结果

杜仲胶复合义齿软衬材料共 5 组,Silagum 硅橡胶软衬材料组、丙烯酸自凝软衬材料组和阴性对照组随着时间推移,细胞数目逐步增加,细胞为长梭形或多角形,长势良好,各孔内无明显差别。复合培养 2 d 后,细胞覆盖率达到 50%;复合培养 4 d 后,细胞数目明显增多,间隙减小,细胞充分伸展;第 7 d 时,细胞已经覆盖整个底壁,细胞紧密相连似铺路石样。各实验组和阴性对照组浸提液中培养的 L929 细胞生长良好,形态和核相正常,未发生显著改变,未表现出细胞毒性。阳性对照组细胞明显少于其他 8 组,细胞贴壁覆盖率低。随时间推移,细胞皱缩变圆,脱壁凋亡,90%以上为死细胞,表现为重度毒性。各组材料 50%浸提液内细胞相对增殖率及毒性级别评分情况见表 3,总体显示杜仲胶复合义齿软衬材料细胞毒性极其轻微。

分别比较 2、4、7 d 各组别材料 50%浸提液内细胞相对增殖率(RGR),结果显示:①5 组杜仲胶复合义齿软衬材料在 2、4、7 d 的毒性级别基本维持在 1

表 3 不同组别材料对细胞增殖率及毒性的影响

Table 3 Relative proliferation rate and toxicity scores of different groups

材料	2 d		4 d		7 d	
	RGR	评分	RGR	评分	RGR	评分
阴性对照组	100.00±2.44	0	100.00±1.76	0	100.00±1.61	0
阳性对照组	8.22±0.53	4	3.59±0.86	4	1.40±0.39	4
10:90 组	96.40±2.41	1	89.25±1.73	1	78.05±3.31	1
30:70 组	97.32±1.87	1	88.82±2.81	1	81.79±2.01	1
50:50 组	94.82±2.08	1	87.84±2.41	1	79.56±2.40	1
70:30 组	97.11±1.65	1	89.59±2.62	1	72.21±2.37	2
90:10 组	99.64±1.23	1	90.92±2.65	1	82.36±2.59	1
硅橡胶组	102.12±1.99	0	100.29±2.69	0	99.78±3.11	1
丙烯酸组	78.23±2.56	1	66.25±1.86	2	62.84±1.94	2

级,仅有 70:30 组在 7 d 时达到 2 级,显示出较轻的细胞毒性;②Silagum 硅橡胶软衬材料在各时期的细胞毒性均维持在 0 级或 1 级,尤其在 2 d 和 4 d,细胞相对增殖率均超过 100%,表明无细胞毒性。

表 4~6 为组间两两比较,发现 Silagum 硅橡胶软衬材料和各组杜仲胶复合义齿软衬材料在 2、4、7 d 的细胞相对增殖率均显著高于同等条件下的丙烯酸酯自凝软衬材料($P<0.05$)。

3 讨论

3.1 义齿软衬材料的研究现状

软衬材料应用历史悠久,种类较多。目前在临床上使用最普遍的为硅橡胶类和丙烯酸树脂类^[10]。硅橡胶类软衬材料弹性和化学稳定性好,但不能直接粘结于树脂基托,另需粘结剂^[11-13]。另外,硅橡胶表面较粗糙,可致食物残渣滞留,促进真菌的生长,引起义齿性口炎^[14],常需要消毒杀菌处理^[15];丙烯酸树

脂类是由聚丙烯酸甲酯/乙酯共聚物和酯类或乙醇类增塑剂调和而成的凝胶,此类材料与树脂基托的粘结性能高,黏弹性好,表面不易黏附真菌,但其中的增塑剂在唾液中会逐渐析出,导致软衬材料弹性迅速下降,物理化学性能发生改变^[16]。目前临床上常用的义齿软衬材料因为各种缺陷,难以长期使用。近年来,新型义齿软衬材料的研制和原有软衬材料改良一直在进行,但是综合性能不佳限制了其临床使用^[17-18]。目前对软衬材料的研究多集中在如何维持黏弹性,提高与树脂基托粘结强度以及具备抗菌性等方面。

3.2 杜仲胶复合义齿软衬材料的配方拟定

单纯由杜仲胶及填料制成的硫化胶硬度、强度过高,与软衬材料的应用要求差距太大。因此应首先合理拟定基础配方,加入橡胶添加剂混炼,辅以各种配料、助剂,软化杜仲胶,抑制其结晶。

选择良好的橡胶基质对于最终材料的性能具有

表 4 不同组别第 2 天细胞相对增殖率两两比较结果

Table 4 Comparison of cell relative proliferation rates on day 2 of different groups

	阴性对照组	阳性对照组	硅橡胶组	丙烯酸组	10:90 组	30:70 组	50:50 组	70:30 组	90:10 组
阴性对照组	—	0.000	1.000	0.000	0.223	1.000	0.006	0.924	1.000
阳性对照组	0.000	—	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
硅橡胶组	1.000	0.000	—	0.000	0.002	0.016	0.000	0.010	1.000
丙烯酸组	0.000	0.000	0.000	—	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
10:90 组	0.223	0.000	0.002	0.000	—	1.000	1.000	1.000	0.461
30:70 组	1.000	0.000	0.016	0.000	1.000	—	1.000	1.000	1.000
50:50 组	0.006	0.000	0.000	0.000	1.000	1.000	—	1.000	0.015
70:30 组	0.924	0.000	0.010	0.000	1.000	1.000	1.000	—	1.000
90:10 组	1.000	0.000	1.000	0.000	0.461	1.000	0.015	1.000	—

表5 不同组别第4天细胞相对增殖率两两比较结果

Table 5 Comparison of cell relative proliferation rates on day 4 of different groups

	阴性对照组	阳性对照组	硅橡胶组	丙烯酸组	10:90组	30:70组	50:50组	70:30组	90:10组
阴性对照组	—	0.000	1.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
阳性对照组	0.000	—	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
硅橡胶组	1.000	0.000	—	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
丙烯酸组	0.000	0.000	0.000	—	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
10:90组	0.000	0.000	0.000	0.000	—	1.000	1.000	1.000	1.000
30:70组	0.000	0.000	0.000	0.000	1.000	—	1.000	1.000	1.000
50:50组	0.000	0.000	0.000	0.000	1.000	1.000	—	1.000	1.000
70:30组	0.000	0.000	0.000	0.000	1.000	1.000	1.000	—	1.000
90:10组	0.000	0.000	0.000	0.000	1.000	1.000	1.000	1.000	—

表6 不同组别第7天细胞相对增殖率两两比较结果

Table 6 Comparison of cell relative proliferation rates on day 7 of different groups

	阴性对照组	阳性对照组	硅橡胶组	丙烯酸组	10:90组	30:70组	50:50组	70:30组	90:10组
阴性对照组	—	0.000	1.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
阳性对照组	0.000	—	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
硅橡胶组	1.000	0.000	—	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
丙烯酸组	0.000	0.000	0.000	—	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
10:90组	0.000	0.000	0.000	0.000	—	0.573	1.000	0.013	0.220
30:70组	0.000	0.000	0.000	0.000	0.573	—	1.000	0.000	1.000
50:50组	0.000	0.000	0.000	0.000	1.000	1.000	—	0.001	1.000
70:30组	0.000	0.000	0.000	0.000	0.013	0.000	0.001	—	0.000
90:10组	0.000	0.000	0.000	0.000	0.220	1.000	1.000	0.000	—

决定意义,本研究之所以选择高顺式顺丁橡胶作为橡胶添加剂与杜仲胶共混,是因为高顺式顺丁橡胶分子间力小,分子量高,强度低,在常温无负荷时呈无定形态,塑形能力强,是弹性和耐寒性最好的合成橡胶,具备良好的操作性能。而纯杜仲胶力学强度非常高,具备优异的共混性能及综合加工性能^[19-20],与顺丁橡胶共混后,很好地弥补了高顺式顺丁橡胶强度低的问题;又由于动态能耗低,大大改进了顺丁胶的动态疲劳性能^[21]。两者在部分力学性能上形成良性互补,既保证了硫化胶具备一定的强度,又同时获得了良好的弹性。

在基础配方的选择上,氧化锌是硫化活性剂,氧化镁可在高温状态下防止弹性杜仲胶材料焦烧,硬脂酸可以起到分散填料、促进硫化的作用,而防老剂可以提高耐磨耗性能,延长硫化胶的使用寿命。

3.3 杜仲胶复合义齿软衬材料的力学性能检测

本实验之所以选用硬度、拉伸强度和断裂伸长

率3项力学性能指标作为评判标准,是因为3种力学性能密切贴合了义齿软衬材料的临床使用要求。本研究发现,随着杜仲胶在橡胶基质中所占比例的增大,弹性杜仲胶材料硬度、拉伸强度和断裂伸长率随之逐渐升高,显示两者共混既改善了杜仲胶生胶强度过高的缺点,又弥补了顺丁橡胶强度过低、加工性能不佳的缺陷。

参照临床上常用的硅橡胶义齿软衬材料和氟硅橡胶的力学性能,义齿软衬材料邵氏硬度不应超过80,拉伸强度能够达到2.5 MPa,断裂伸长率在100%~200%之间。由力学性能测试结果可看出,当杜仲胶与顺丁橡胶共混比例为70:30时,适量添加氧化锌、氧化镁、硬脂酸、升华硫、促进剂N-环己基-2-苯并噻唑次磺酰胺(CZ)、防老剂等助剂,杜仲胶复合义齿软衬材料可获得适宜的力学性能。

3.4 杜仲胶复合义齿软衬材料的细胞毒性检测

从MTT实验中各组材料50%浸渍液的毒性级

别来看,杜仲胶复合义齿软衬材料的细胞毒性低于丙烯酸自凝软衬材料,但与 Silagum 硅橡胶软衬材料还有一定差距。可能与材料的种类和固化方式有关,Silagum 硅橡胶生物惰性优于丙烯酸自凝软衬材料,固化完全;而丙烯酸自凝软衬材料存在塑化剂析出,对小鼠成纤维细胞或许具有一定的不良刺激。弹性杜仲胶义齿软衬材料采用高温加热硫化,固化完全,各实验组细胞毒性评级为 0~2 级,符合国家医疗器械检测的相关标准。

利益冲突声明:无。

作者贡献声明:罗恒负责实验设计、数据收集及论文撰写;高海负责论文审校;许雪飞负责实验操作;冯云枝负责实验评估及论文修改。

[参考文献]

- [1] 张继川,薛兆弘,严瑞芳,等.天然高分子材料—杜仲胶的研究进展[J].高分子学报,2011,55(10):1105-1117.
- [2] 付文,刘安华,王丽.杜仲胶的提取与应用研究进展[J].弹性体,2014,24(5):76-80.
- [3] 冯志博,张继川,张天鑫,等.杜仲橡胶的研究现状与发展前景[J].橡胶工业,2017,64(10):630-635.
- [4] 马娟,林永慧,刘彪,等.我国杜仲胶的发展现状与展望[J].安徽农业科学,2012,40(6):3396-3398.
- [5] Tsai TH, Tsai TH, Chien YC, et al. *In vitro*, antimicrobial activities against cariogenic streptococci and their antioxidant capacities: A comparative study of green tea *versus* different herbs [J]. Food Chem, 2008, 110(4): 859-864.
- [6] 宁永刚,王璉,康海澜,等.不同温度下杜仲胶/天然橡胶共混硫化胶性能研究[J].弹性体,2018,28(1):30-34.
- [7] 张蕊,张洵管,杨凤,等.杜仲胶改性高聚物的研究进展[J].高分子通报,2015,28(8):63-68.
- [8] 严瑞芳,胡汉杰.杜仲胶的研究与开发[J].中国科学基金,1994,8(1):51-55.
- [9] 辛振祥,张殿荣.现代橡胶配方设计[M].北京:化学工业出版社,2001.
- [10] Hashem MI. Advances in soft denture liners: An update [J]. J Contemp Dent Pract, 2015, 16(4): 314-318.
- [11] McCabe JF, Carrick TE, Kamohara H. Adhesive bond strength and compliance for denture soft lining materials [J]. Biomaterials, 2002, 23(5): 1347-1352.
- [12] Salloum AM. Effect of aging on bond strength of two soft lining materials to a denture base polymer [J]. J Indian Prosthodont Soc, 2014, 14(Suppl 1): 155-160.
- [13] Mutluay MM, Ruyter IE. Evaluation of bond strength of soft relining materials to denture base polymers [J]. Dent Mater, 2007, 23(11): 1373-1381.
- [14] Chladek G, Kasperski J, Barszczewska-Rybark I, et al. Sorption, solubility, bond strength and hardness of denture soft lining incorporated with silver nanoparticles [J]. Int J Mol Sci, 2012, 14(1): 563-574.
- [15] 黄晶晶.使用微波进行义齿消毒的研究进展[J].口腔疾病防治,2017,25(4):266-269.
- [16] Dorocka-Bobkowska B, Medyński D, Pryliński M, et al. Recent advances in tissue conditioners for prosthetic treatment. A review [J]. Adv Clin Exp Med, 2017, 26(4): 723-728.
- [17] Sánchez-Aliaga A, Pellissari CV, Arrais CA, et al. Peel bond strength of soft lining materials with antifungal to a denture base acrylic resin [J]. Dent Mater J, 2016, 35(2):194-203.
- [18] Saravanan M, Kumar A, Padmanabhan TV, et al. Viscoelastic properties and antimicrobial effects of soft liners with silver zeolite in complete dental prosthesis wearers: an *in vivo* study [J]. Int J Prosthodont, 2015, 28(3): 265-269.
- [19] 刘祥,刘淑瑛,虎娟,等.超声波辅助3种溶剂分析测定杜仲胶含量[J].热带作物学报,2017,38(4):723-727.
- [20] 石飞飞,夏琳,辛振祥.杜仲胶/聚丁二酸丁二醇酯复合材料的制备及其性能[J].青岛科技大学学报(自然科学版),2017,38(4):78-83.
- [21] 王璉,康海澜,杨凤,等.天然杜仲胶/顺丁橡胶共混胶性能研究[J].特种橡胶制品,2017,38(4):10-14.