

# 正畸支抗钉碳含量及其抗扭强度相关性研究

都笑非<sup>1,2</sup>, 夏玉<sup>1,2</sup>, 廖莉<sup>1,2</sup>, 韦靖婧<sup>1,2</sup>, 郭何云<sup>1,2</sup>, 王颖<sup>1,2\*</sup>

(1. 资阳市食品药品检验检测中心, 资阳 641399; 2. 口腔装备材料质量评价重点实验室, 资阳 641399)

**摘要:** **目的** 明确正畸支抗钉中碳含量与抗扭强度的关系, 为其材料性能优化提供依据。 **方法** 运用高频碳硫分析仪快速测定正畸支抗钉碳含量, 通过电子扭转试验机开展抗扭强度测试, 并通过扫描电镜对断裂样品微观形貌进行观察。 **结果** 通过测定市售常见4种同型号正畸支抗钉, 碳含量范围为0.01075%~0.02434%, 其抗扭强度随碳含量增加呈先升后降趋势, 碳含量为0.01801%时抗扭强度最大。并通过扫描电镜观察其断裂后微观形貌, 发现碳含量与其断裂微观形貌存在一定的关联性。 **结论** 本研究揭示了钛合金正畸支抗钉碳含量与抗扭强度的非线性关系, 且具有显著影响, 存在最佳碳含量区间以获取最优抗扭强度, 为正畸支抗钉材料成分优化及临床安全性评价提供实验依据。

**关键词:** 正畸支抗钉; 碳含量; 高频碳硫分析仪; 抗扭强度

## 0 引言

在口腔正畸治疗领域, 正畸支抗钉多采用钛合金作为其主要材料, 在实际生产中, 以Ti-6Al-4V及其改进型Ti-6Al-4V ELI(超低间隙元素钛及钛合金)作为主要原料<sup>[1]</sup>, 其碳含量被作为关键元素在原材料应用及成型过程中受到关注, 其对于正畸支抗钉使用过程中最重要的抗扭性能存在潜在影响。然而, 钛合金高熔点(约1668℃)及高温下易氧化的特性, 对碳含量的精确测定提出了挑战。传统化学分析法(如气体容量法)操作繁琐且耗时, 而仪器分析技术(如X射线荧光光谱法)在痕量碳检测中灵敏度不足<sup>[2]</sup>。

高频碳硫分析仪基于高频感应燃烧-红外吸收法, 通过高温燃烧使样品中的碳转化为CO<sub>2</sub>, 利用红外检测技术实现碳含量的快速定量分析。该方法具有分析速度快(单样检测时间<2 min)、精度高(相对标准偏差<0.5%)、自动化程度高等优势, 已广泛应用于钢铁、铝合金等材料的碳硫分析<sup>[3]</sup>。近年来, 相关研究表明高频碳硫分析仪在钛合金碳含量测定中具有可行性。例如, Li等<sup>[4]</sup>通过优化助熔剂配比(钨锡混合助熔剂), 成功测定了Ti-6Al-4V合金中0.01%~0.2%的碳含量。Zhang等<sup>[5]</sup>则通过对比不同燃烧模式(如动态燃烧与静态燃烧), 发现动态燃烧模式可显著提高钛合金中碳的回收率。

目前, 针对正畸支抗钉碳含量与抗扭性能的关联性研究仍缺乏系统性数据。本研究拟通过高频碳硫分析仪建立钛合金支抗钉碳含量的快速检测方法, 并结合抗扭强度测试及微观形貌分析, 探究碳含量对材料力学性能的影响规律。研究结果将为临床用支抗钉的材料选择、生产工艺优化及质量控制标准的制定提供理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验仪器与试剂

试验仪器主要有扫描电子显微镜-能量色散X射线光谱仪(Axia ChemSEMHiVac, 赛默飞世尔科技), 高频红外碳硫分析仪: CS744型, 美国LECO公司。电子天平: BSA124S型, 感量为0.1 mg, 赛多斯科学仪器(北京)有限公司。箱式电阻炉: SX-10-12, 北京中兴伟业仪器有限公司。氧气: 纯度(体积分数)均为99.99%, 四川省资阳市盛源科技有限责任公司。氮气: 纯度(体积分数)均为99.999%, 四川省资阳市盛源科技有限责任公司。陶瓷坩埚: TF2管式炉专用, 美国LECO公司; 铁屑助熔剂(202-231美国LECO公司)标准样品: 钛标准物质(简称“钛标”): 标准物质编号分别为501-995LN1004, 美国LECO公司; 电子扭转试验机(英斯特朗公司)。正畸支抗钉选用口腔正畸治疗中常用的4种, 分别购自A公司,

**基金项目:** 四川药品监督管理局科技计划项目《正畸类医疗器械安全评价体系研究》(2024005); 四川药品监督管理局科技计划项目《口腔类医疗器械的安全性与质量评价体系研究》(2025015)。

**第一作者:** 都笑非, 硕士, 助理工程师, 研究方向为医疗器械检验检测。

**\* 通信作者:** 王颖, 硕士, 高级工程师, 研究方向为医疗器械、食品、药品质量检测评价及研究。E-mail: 1127521561@qq.com

B公司, C公司和D公司, 其原材料均声称使用符合 GB/T 13810 标准的 TC4 钛合金材料制成<sup>[6]</sup>, 其中 B 与 C 公司产品表面经着色阳极化处理。

## 1.2 试验方法

### 1.2.1 碳硫分析

预处理。将陶瓷坩埚包装开口后, 使用专用的坩埚钳将坩埚置于箱式电阻炉中, 待设备升温至 1000 °C 后恒温 2~4 h。取出坩埚置于干燥器中冷却备用; 高频红外碳硫分析仪进行彻底维护, 并通过漏气检查后使用。选择仪器的相应通道, 向预热过的坩埚中加入约 1.5 g 铜和约 1 g 铁屑助熔剂。将坩埚放置在炉座上, 并启动分析, 吹扫时间: 15 s, 分析延迟时间: 20 s, 样品冷却时间: 20 s。炉功率: 100%。记录三次空白重复测量数据。校准/漂移校正。称取约 0.5 g 钛标于预热过的坩埚, 加入约 1.5 g 铜和约 1 g 502-231 铁屑助熔剂, 记录三次标准物质重复测量数据。记录样品信息, 并设置重复测量次数 3 次, 称取约 0.5 g 样品放入坩埚中, 并输入样品的质量和标识, 在样品上添加约 1.5 g 铜和约 1 g 铁屑助熔剂, 启动分析<sup>[7]</sup>。

### 1.2.2 抗扭试验

根据 ISO 19023:2018 标准进行抗扭试验<sup>[8]</sup>。将正畸支抗钉固定于定制夹具中, 定制夹具采用高强度工具钢制成, 内表面加工有防滑齿纹, 确保支抗钉在加载过程中无滑移。夹持间距严格控制为 10 mm, 与 ISO 19023:2018 标准推荐的临床植入深度(8~12 mm)匹配, 以模拟真实受力场景。加载速率: 10 dev/min, 恒定加载, 加载方向与支抗钉临床使用中可能承受的扭矩方向一致, 并模拟临床植入扭矩变化速率, 避免惯性误差。加载过程中持续记录

扭矩值和对应扭转角度数据, 观察支抗钉在扭矩作用下的变形、断裂情况。

### 1.2.3 断裂样品微观形貌

将测试断裂样品, 使用扫描电子显微镜(仪器参数为: 加速电压: 20 kV, 工作距离: 10 mm, 信号模式: 二次电子成像, 束流强度: 10 nA)在 500 倍等不同放大倍数下进行多角度观察样品断裂形貌并进行分析。

## 2 结果与分析

### 2.1 碳含量分析

助熔剂选择。铁屑助熔剂(LECO 202-231)的加入可显著降低钛合金的熔点(从 1668 °C 降至约 1400 °C), 并通过形成 Fe-Ti 合金改善样品的导电性, 确保高频感应燃烧的稳定性<sup>[7]</sup>。铜粉的添加则可抑制钛在高温下的氧化反应, 减少 CO<sub>2</sub> 生成量的损失, 提升检测精度。通过前期试验探究(主要监测分析样品板极电流高低及燃烧情况), 采用铁屑+铜粉的助熔剂体系进行后续试验。

空白分析。实验中称取 1.0 g 的铁屑助熔剂置于坩埚, 进行五次平行性测试, 得到每组五次测定结果, 得到空白值, 结果见表 1。由表 1 可知, 碳元素的空白平均值为 0.0004629%, 标准偏差为 0.0019%, 满足 GB/T 20123—2006<sup>[9]</sup> 中助熔剂的空白值要求, 测定结果在误差范围内, 由此可见, 在空白值较小且稳定的情况下, 一般不会对分析精度有很大的影响。校准/漂移校正, 约 0.5 g 钛标, 每个标品至少测定三次, 建立标准曲线  $y=0.93295628x+0.00001606$ ,  $r^2=0.999983$ , 测定范围为 0.0037%~0.085%。

表 1 碳元素样品空白值

空白值 /%	平均值 /%	标准偏差 /%
0.0004605、0.000486、0.0004355、0.0004581、0.0004746	0.0004629	0.0019

样品分析。分别称取 4 种正畸支抗钉样品约 0.2 g, 每个样品平行制备 3 份, 按 1.2 节的实验方法进行测定各样品中碳元素含量, 结果如表 2 所示。由表 2 可知, 本方法测定 4 种正畸支抗钉样品中的碳元素含量, 发现均小于规定值 0.08%。其中按平均碳含量由高到低排序为 A > C > B > D。

表 2 样品中碳元素含量

样品	测定值 /%	平均值 /%
A	0.02679、0.02352、0.02270	0.02434
B	0.01504、0.01441、0.01618	0.01521
C	0.02021、0.01657、0.01726	0.01801
D	0.01104、0.01014、0.01107	0.01075

### 2.2 抗扭强度分析

将正畸支抗钉固定于专用夹具中, 夹持间距控制约

1 cm, 缓慢平稳加载扭矩以准确反映支抗钉的抗扭性能。各公司产品旋转角度-扭矩曲线图如图 1 所示。研究结果显示, 当扭矩达到最大值时, 各样品分别出现不同程度的扭矩下降, 通过观察可发现, 各样品出现不同程度的塑性变形或断裂现象, 证明其已达到其扭矩极限。通常, 正畸支抗钉所推荐的临床植入扭矩约为 5~15 N·cm, 植入扭矩超过 20 N·cm 时, 骨微裂纹风险显著增加(尤其植入区域为皮质骨区)<sup>[10]</sup>。所测试的正畸支抗钉抗扭强度符合临床所推荐值要求。其中, 按抗扭强度由高到低排序为 C > A > B > D(24 N·cm), 分别为 42、37、33、24 N·cm。

### 2.3 断裂样品微观形貌

断裂样品的微观形貌能直观反映支抗钉的力学性能, 从而判断断裂模式, 评估材料性能<sup>[11]</sup>。在 20 μm 尺度下,

各公司产品的微观结构如图 2 所示。材料塑性差异: A 样品部分韧窝呈规则长条状, 说明在断裂前塑性变形有一定方向性; B 样品韧窝大小形状多样且分布杂乱, 表明其塑性变形在多个方向上不均匀发生, 塑性变形的随机性较大; C 样品韧窝有相互连接趋势, 可能意味着在断裂过程中, 塑性变形区域之间的相互作用更明显, 材料整体塑性变形的连贯性较好。D 样品表面具有明显且规则的层状或波浪状纹理, 与 A 样品部分区域的长条状韧窝、B 样品多样杂乱的韧窝以及 C 样品相互连接的韧窝形态都不相同。这种纹理可能表明 D 样品在断裂过程中的塑性变形方式更为单一且有序, 可能与材料内部的晶体取向或加工流线相关。

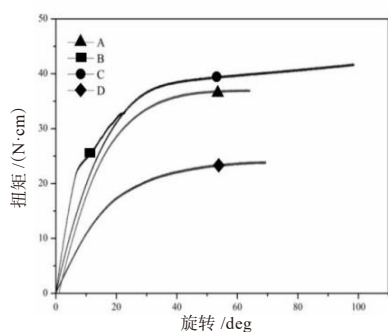


图 1 各公司产品旋转角度—扭矩曲线

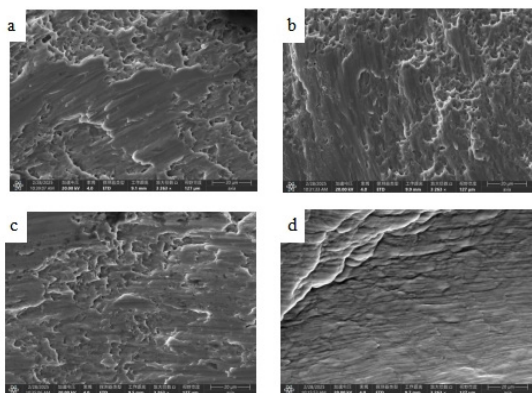


图 2 各试样微观形貌(a、b、c 和 d 分别为 A、B、C 和 D 公司样品)

### 3 讨论与结论

综上所述, 本文通过对市面不同厂家生产的 4 种相似结构及同为 TC4 钛合金作为原材料的正畸支抗钉进行碳含量分析, 抗扭性能试验, 断裂微观形貌表征可知。碳含量对于正畸支抗钉抗扭强度影响明显, 当碳含量处于较低水平(约 0.01%~0.02%)对于支抗钉抗扭强度具有增强作用。当碳含量超过约 0.02% 时, 可能会形成硬而脆的碳化物相, 导致材料的韧性下降, 在受到扭矩作用时, 碳化物相容易成为裂纹源, 裂纹迅速扩展, 最终导致材料过早失

效, 正畸支抗钉的抗扭强度随之降低。本研究结果为正畸支抗钉的材料研发与正畸类产品安全性评价方面提供了相关数据支撑, 有助于建立更为完善的安全评价体系, 保障正畸治疗的安全性和有效性。后续将扩大样本量, 如不同热处理工艺、不同直径正畸支抗钉样本, 采用更多分析手段进一步探究碳化物相分布规律, 深化碳含量调控材料抗扭性能机制的研究。

### 参考文献

- [1] 国家药品监督管理局. 牙科学正畸支抗钉: YY/T 1779—2021 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.
- [2] 王磊. 金属材料中碳硫分析技术进展[J]. 分析化学, 2020, 48(5): 731-738.
- [3] 陈洪. 高频燃烧红外吸收法测定铝合金中碳硫的研究. 冶金分析, 2021, 41(3): 53-58.
- [4] LI Y. Determination of carbon in titanium alloys by high-frequency combustion-infrared absorption spectrometry [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2021, 49(8): 1213-1218.
- [5] ZHANG Y. Optimization of combustion conditions for carbon analysis in titanium alloys. Journal of Iron and Steel Research, International, 2023, 30(2): 215-221.
- [6] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 钛及钛合金牌号和化学成分: GB/T 3620. 1—2016 [S/OL]. (2016-12-30)[2024-05-06]. [http://www.weboos.cn:8078/assets/basicStandard/std\\_1352508.pdf](http://www.weboos.cn:8078/assets/basicStandard/std_1352508.pdf)
- [7] 李晖, 孙洪涛, 张健康, 等. 高频燃烧红外吸收光谱法测定钨钛合金中碳含量[J]. 化学分析计量, 2020, 29(1): 83-86.
- [8] ISO. Dentistry-Implants-Requirements for the mechanical testing of orthodontic mini-implants: ISO 19023: 2018[S/OL]. <https://www.iso.org/obp/ui/en/#iso:std:iso:19023:ed-1:vl:en>
- [9] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 钢铁总碳硫含量的测定高频感应炉燃烧后红外吸收法(常规方法): GB/T 20123—2006 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.
- [10] PARK H S, LEE J H, KIM Y K, *et al.* Evaluation of bone microcracks during orthodontic mini-implant insertion using micro-computed tomography [J]. American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics, 2013, 144(1): 121 - 128.
- [11] ZHANG X, WANG Z, WANG Y. Fracture behavior and microstructure analysis of titanium alloys [J]. Materials Science and Engineering: A, 2018, 724: 102-110.