

ICS 11.040.10

C33

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0516—2009

牙科 EDTA 根管润滑/清洗剂

Dental EDTA root canal lubricant/cleanser

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 分类	1
4 要求	1
4.1 外观	1
4.2 酸碱度	1
4.3 EDTA 含量	1
4.4 过氧化物含量	1
4.5 生物相容性	1
5 取样	2
6 试验方法	2
6.1 外观	2
6.2 酸碱度	2
6.3 EDTA 含量测定	2
6.4 过氧化物含量测定	3
7 生产厂提供的包装,标识和信息	4
7.1 概述	4
7.2 包装	4
7.3 标识	4
7.4 使用说明书和信息	4

前 言

本标准的全部技术内容为推荐性的。

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归口。

本标准负责起草单位：国家食品药品监督管理局北大医疗器械质量监督检验中心。

本标准参加起草单位：日进齿科材料(昆山)有限公司

本标准主要起草人：

国家食品药品监督管理局北大医疗器械质量监督检验中心：徐永祥、张殿云、郑睿

日进齿科材料(昆山)有限公司：沈熙炜

引 言

在根管预备过程中,乙二胺四乙酸(EDTA)类根管润滑/清洗剂可对根管进行润滑或清洗,其中主要有效成分——EDTA螯合剂可与根管壁的钙离子进行螯合,辅助机械根管扩大器械进行根管预备。

本标准不包含对可能的生物学危害的定性和定量的要求,但推荐在评价可能的生物学危害时,请参考 YY/T 0268《牙科学 口腔医疗器械生物学评价 第1单元:评价与试验》。

牙科 EDTA 根管润滑/清洗剂

1 范围

本标准规定了乙二胺四乙酸(EDTA)类根管润滑/清洗剂的要求和试验方法。

本标准适用于根管治疗中应用的乙二胺四乙酸(EDTA)类根管润滑/清洗剂。

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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

3 分类

按照外观状态分为液剂型和糊剂型。

4 要求

4.1 外观

4.1.1 液剂型

透明、均匀、无沉淀的液体。

4.1.2 糊剂型

色泽均匀,无明显颗粒。

4.2 酸碱度

样品的 pH 值应在 6~9 之间。

4.3 EDTA 含量

EDTA(以乙二胺四乙酸二钠表示)含量应不小于 3%。

4.4 过氧化物含量

若厂家说明书中声称含有过氧化物,则过氧化物含量的偏差应不大于厂家标示值的 30%。

4.5 生物相容性

见 YY/T 0268。

5 取样

试样应取自同批号的至少一个或一个以上的零售包装,数量应足以完成规定的试验,以及必要的重复试验所需的数量。

6 试验方法

试验均应在温度为 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$,湿度为 $(50\pm 10)\%$ 的环境下进行。在试验开始前样品应在此环境下放置 24 小时。

试验中所用的水均应为 3 级水(GB/T 6682—2008)。

6.1 外观

6.1.1 液剂型

将试样置于洁净的玻璃试管中,肉眼观察,应符合 4.1.1 的要求。

6.1.2 糊剂型

将试样置于洁净的载玻片上,肉眼观察,应符合 4.1.2 的要求。

6.2 酸碱度

6.2.1 设备

pH 测定装置(酸度计和电极),分度值不大于 0.02 pH 单位。

6.2.2 试验步骤

取一定量的试样放入烧杯,使其能浸没 pH 电极的测试端头,用校准过的电极检测。每种试样取两次,分别测试。

6.2.3 结果判定

若两次测试结果均符合 4.2 的规定,则符合标准要求。

若两次测试结果均不符合 4.2 的规定,则不符合标准要求。

若两次测试结果中只有一次符合 4.2 的规定,则重新进行两次实验,两次试验结果均应符合 4.2 的规定,否则为不符合标准要求。

6.3 EDTA 含量测定

6.3.1 设备

6.3.1.1 电子天平,精度 0.001g。

6.3.1.2 磁力搅拌器及搅拌子。

6.3.1.3 移液管,10mL。

6.3.1.4 量筒,100mL。

6.3.1.5 碘量瓶,250mL。

6.3.1.6 滴定管 50mL,精度 0.1mL。

6.3.2 试剂

6.3.2.1 0.1mol/L 氯化锌标准滴定溶液(GB/T 601—2002)。

6.3.2.2 氨—氯化铵缓冲液(pH10.0)

取氯化铵(分析纯)5.4g,加 20mL 水溶解后,加氨水(分析纯)35mL,再加水稀释至 100mL。

6.3.2.3 铬黑 T 指示剂(GB/T 603—2002)

称取 1.0g 铬黑 T 指示剂(分析纯),与 100g 氯化钠(分析纯)一起研细,混匀。

6.3.3 试验方法

称取一定量(相当于消耗 25ml~40ml 氯化锌标准滴定溶液)的样品,精确至 0.001g。加入 100ml 水,搅拌至溶解。加入 10ml 氨-氯化铵缓冲液,用氯化锌标准滴定溶液进行滴定,临近终点时加 0.01g 铬黑 T 指示剂,继续滴定至溶液颜色发生突变,且颜色在 30s 内不再发生改变,即为终点。同时做空白试验。每个试样共测试三次。

6.3.4 结果表述

样品中 EDTA(以乙二胺四乙酸二钠表示)的含量按下式计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 336.21}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

X ——乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$)的百分含量, %;

V_1 ——样品滴定消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白液滴定消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氯化锌标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m ——称取的样品的质量, mg;

336.21——乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$)的摩尔质量, g/mol。

6.3.5 结果判定

若三次测试结果均符合 4.3 的规定,则符合标准要求。

若只有一次测试结果符合 4.3 的规定,则不符合标准要求。

若只有两次测试结果符合 4.3 的规定,则重新进行三次实验,三次试验结果均应符合 4.3 的规定,否则为不符合标准要求。

6.4 过氧化物含量测定

6.4.1 设备

6.4.1.1 电子天平,精度 0.001g。

6.4.1.2 磁力搅拌器及搅拌子。

6.4.1.3 移液管,10mL。

6.4.1.4 量筒,100mL。

6.4.1.5 碘量瓶,250mL。

6.4.1.6 滴定管 50mL,精度 0.1mL。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 0.1mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液(GB/T 601—2002)。

6.4.2.2 冰乙酸,分析纯。

6.4.2.3 碘化钾,分析纯。

6.4.2.4 钼酸铵溶液(10g/L)

称取 1.0g 钼酸铵(分析纯)溶于水中,用水稀释至 100mL,放置 24h 过滤后使用;若出现沉淀,应停止使用,重新配置。

6.4.2.5 淀粉溶液(10g/L)

称取 1.0g 可溶性淀粉(分析纯),加 5mL 水使其成糊状,在搅拌下将糊状物加到 90mL 沸腾的水

中,煮沸 2min,冷却,稀释至 100mL。

6.4.3 试验方法

称取一定量(相当于消耗 25mL~40mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液)的样品,精确至 0.001g。加入 100mL 水,搅拌至溶解。加入 5mL 冰乙酸、2g 碘化钾和 2 滴 10g/L 钼酸铵溶液。暗处放置 10min 后,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点时,加入 3mL 10g/L 淀粉溶液,继续滴定至溶液颜色发生突变,且颜色在 30s 内不再发生改变,即为终点。同时做空白试验。每种样品检测三次。

6.4.4 结果表述

样品中过氧化物(以过氧化氢或过氧化脲表示)的含量按下式计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M}{m} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

X ——过氧化氢或过氧化脲的百分含量, %;

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量, mL;

V_0 ——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量, mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

M ——与 1.0ml 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以 mg 表示的过氧化氢 ($M=17.01$) 或过氧化脲 ($M=47.04$) 的质量。

m ——样品的质量, mg;

6.4.5 结果判定

若三次测试结果均符合 4.4 的规定,则符合标准要求。

若只有一次测试结果符合 4.4 的规定,则不符合标准要求。

若只有两次测试结果符合 4.4 的规定,则重新进行三次实验,三次试验结果均应符合 4.4 的规定,否则为不符合标准要求。

7 生产厂提供的包装,标识和信息

7.1 概述

除 7.3 和 7.4 的规定外,生产厂可以自行提供或根据相关法规的要求提供更多的信息。

7.2 包装

各组分包装应密封,包装材料不与内容物反应或使内容物污染。

7.3 标识

每一外包装和/或内包装容器应清晰的标明以下信息:

- a) 生产厂的名称和/或商标;
- b) 产品名称;
- c) 产品批号、生产日期、能追溯到生产厂记录的编号或有效期;
- d) 净含量;
- e) 贮存条件。

7.4 使用说明书和信息

每一包装中都应附有生产厂说明书和信息,包括:

- a) 产品名称；
- b) 使用说明和临床应用说明；
- c) EDTA 的含量；
- d) pH 值；
- e) 过氧化物含量(若声明)；
- f) 推荐的贮存条件；
- g) 给出关于材料的毒性、危害、可燃性或组织刺激性等专门说明或警示；
- h) 如果有无菌声明,应有适当的标识。

参 考 文 献

- [1] GB/T 9724—2007 化学试剂 pH 值测定通则。
 - [2] 夏玉宇主编. 化验员实用手册. 北京:化学工业出版社. 2005.
 - [3] Michael S. O'Connell, Leslie A. Morgan, William J. Beeler, and J. Craig Baumgartner, A Comparative Study of Smear Layer Removal Using Different Salts of EDTA(不同 EDTA 盐去除玷污层的比较研究), *Journal of Endodontics*, 2000, 26(12): 739—743.
 - [4] Serper A, Calt S, The Demineralizing Effects of EDTA at Different Concentrations and pH(不同 pH 值和浓度下 EDTA 的脱矿效应), *Journal of Endodontics*, 2002, 28(7): 501—502.
-

中华人民共和国医药
行业标准
牙科 EDTA 根管润滑/清洗剂

YY/T 0516—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 字数 20 千字
2011 年 5 月第一版 2011 年 5 月第一次印刷

*

书号:145067·73 定价 15.00 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