ICS 11.060.10
C 33

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY 0710—2009

牙科学　聚合物基冠桥材料

Dentistry—Polymer-based crown and bridge materials

(ISO 10477:2004,MOD)

2009-06-16 发布　　2010-12-01 实施

国家食品药品监督管理局　发布

数码防伪

中华人民共和国医药
行业标准
牙科学 聚合物基冠桥材料
YY 0710—2009
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 33 千字
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷
*
书号:155066·2-20076 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前　言

本标准的全部技术内容为强制性。

本标准修改采用 ISO 10477:2004《牙科学　聚合物基冠桥材料》。

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》。

本标准依据 ISO 10477:2004 重新起草，与 ISO 10477:2004 的技术性差异已编入正文中，并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。

本标准与该国际标准的主要差异和原因如下：

——规范性引用文件的 ISO 1562 和 ISO 8891 已经被 ISO 22674 替代，因此本标准将 ISO 1562 和 ISO 8891 删除，增加 ISO 22674 标准；

——规范性引用文件中将 ISO 3696:1987 改为修改采用该标准的我国标准 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》；

——7.7 粘接强度，增加了 7.7.2 方法 2 和 7.7.2.1～7.7.2.5 内容，同时增加了图 5，原方法改为 7.7.1 方法 1，其余条款号依次顺延；

——参考文献中将部分国际标准改为相应的国内标准。

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。

本标准主要起草人：林红、孙志辉、李媛、郑刚、郑睿、张研。

牙科学　聚合物基冠桥材料

1　范围

本标准规定了聚合物基冠桥材料的分类和要求，同时也规定了与这些标准要求相应的试验方法。

本标准适用于在技工室制作与金属表面接触或不接触的永久贴面或前牙冠的聚合物基冠桥材料。本标准也适用于生产厂声称不需要借助金属基底材料上的突起或网格固位即可与金属基底材料粘接的聚合物基冠桥材料。

本标准不适用于直接牙体修复中所用的冠、贴面或修补的聚合物基材料，也不适用于那些用于后牙承力区的材料。

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 4340.1—1999　金属维氏硬度试验　第1部分：试验方法(eqv ISO 6507-1:1997)

GB/T 6682—2008　分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 7408—2005　数据元和交换格式　信息交换　日期和时间表示法(ISO 8601:2000,IDT)

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

YY/T 0631—2008　牙科材料　色稳定性的测定(ISO 7491:2000,IDT)

ISO 22674　牙科学　固定和活动修复用金属材料

3　术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

聚合物基冠桥材料　polymer-based crown and bridge material

由单体、无机填料和/或聚合物填料的粉末和液体或糊状成分组成。聚合后适于制作永久贴面或前牙冠。

注：聚合过程是通过加入引发剂和催化剂(自凝材料)和/或通过外界的能量活化[通过加热(热凝材料)，通过可见光(光固化材料)和/或紫外线的光激活]。

3.2

牙本质树脂　dentine resin

着色的并轻微半透明的聚合物基冠桥材料，用于模拟牙本质自然外观。

3.3

牙釉质树脂　enamel resin

覆盖于牙本质树脂外，模拟牙釉质自然外观的半透明的、轻微着色的聚合物基冠桥材料。

3.4

牙颈部树脂　cervical resin

着色较深且轻微半透明的聚合物基冠桥材料，其色泽用于模拟牙颈部的牙本质自然外观。

3.5

遮色树脂　opaque resin

用于覆盖下方金属的着色较深的聚合物基冠桥材料。

4 分类

本标准将聚合物基冠桥材料按聚合活化体系分为以下几种类型：

——1 型：通过引发剂和催化剂的混合而固化的聚合物基冠桥材料(“自凝”材料)；

——2 型：通过外部能量活化而固化的聚合物基冠桥材料(“外部能量激活型”材料)，如加热和/或可见光或紫外线；

——1 类：不含可见光或紫外线敏感的引发剂的聚合物基冠桥材料；

——2 类：含可见光或紫外线敏感的引发剂的聚合物基冠桥材料；

——3 型：加入引发剂和催化剂同时通过外部能量引发聚合的聚合物基冠桥材料(“双固化”材料)。

5 要求

5.1 生物相容性

参见 YY/T 0268。

5.2 2 型 2 类聚合物基冠桥材料对环境光线敏感性

按 7.3 试验，当暴露于环境光线下 2 型 2 类聚合物基冠桥材料应保持物理均匀性(见表 1)。

注：1 型、2 型 1 类和 3 型材料不适用。

表 1 试验项目

条款	性能	1 型	2 型		3 型
			1 类	2 类	
5.2	对环境光线敏感性	—	—	+	—
5.3	固化深度	—	—	+[a]	—
5.4、5.5	表面抛光性，挠曲强度	+[a]	+[a]	+[a]	+[a]
5.6	粘接强度	+	+	+	+
5.7～5.10	吸水值，溶解值，色泽一致性，色稳定性	+[a]	+[a]	+[a]	+[a]
+：需要测试； —：不需要测试； [a] 如果是遮色树脂，则不需要测试。					

5.3 2 型 2 类聚合物基冠桥材料的固化深度

按 7.4 试验，2 型 2 类聚合物基冠桥材料下表面的硬度应不小于上表面硬度的 70%。

此要求对遮色树脂不适用(见表 1)。

注：对 1 型、2 型 1 类和 3 型材料未规定要求。

5.4 表面抛光性

按 7.5 试验，抛光的试样应具有高度抛光的表面。

此要求对遮色树脂不适用(见表 1)。

5.5 挠曲强度

按 7.6 试验，挠曲强度应至少为 50 MPa(见表 2)。

此要求对遮色树脂不适用(参见表 1)。

表 2 物理和化学性能要求

条　款	性　能	要　求
5.5	挠曲强度	≥50 MPa
5.6.1	粘接强度	≥5 MPa
5.6.2		≥标示值的 80%
5.7	吸水值	≤40 μg/mm³
5.8	溶解值	≤7.5 μg/mm³

5.6 粘接强度

5.6.1 按 7.7 试验，若生产厂推荐的采用无机械固位的专用金属粘接系统，则材料与金属基底的粘接强度应不低于 5 MPa(见表 1 和表 2)。

5.6.2 按 7.7 试验，若生产厂声明粘接强度值大于 5 MPa，则检测的粘接强度应不低于生产厂标示值的 80%，但不得低于 5 MPa。

5.7 吸水值

按 7.8 试验，固化的聚合物基冠桥材料的吸水值应不大于 40 $\mu g/mm^3$(见表 2)。

此要求对遮色树脂不适用(见表 1)。

5.8 溶解值

按 7.8 试验，固化的聚合物基冠桥材料在水中的溶解值应不大于 7.5 $\mu g/mm^3$(见表 2)。

此要求对遮色树脂不适用(见表 1)。

5.9 色泽一致性

按 7.9 和 YY/T 0631—2008 试验，不同批次固化后的聚合物基冠桥材料的颜色，仅允许有轻微的差异。

此要求对遮色树脂不适用(见表 1)。

5.10 色稳定性

按 7.9 和 YY/T 0631—2008 试验，聚合物基冠桥材料的色泽只允许有轻微的变化。

此要求对遮色树脂不适用(见表 1)。

6 取样

6.1 对所有试验的取样

被试样品应从同批号的一个或多个零售包装中随机抽取一种颜色的足量(约 20 mL)材料，以完成规定的试验，同时还应包括允许的、必要的重复试验的数量。

6.2 色泽一致性试验的取样

用于色泽一致性(5.9 和 7.9)试验的样品的颜色应与 6.1 相同，但需其他不同批号的样品(约 1 mL)。

6.3 色稳定性试验的取样

色稳定性试验(5.10 和 7.9)的样品应再另外随机选取两种颜色的样品。以上三种颜色的样品应能分别代表牙釉质树脂、牙本质树脂和牙颈部树脂中的一种颜色(每种约 1 mL)。

7 试验方法

7.1 一般要求

7.1.1 试验环境

试样制备及检测均应在 23 ℃±2 ℃，相对湿度不低于 30%的环境下进行。

7.1.2 水

除非另有说明，试验用水应符合 GB/T 6682—2008，3 级水的要求。

7.1.3 试样制备

对于 2 型和 3 型聚合物基冠桥材料，试样应按生产厂说明书[参见 9.1p)和 q)]中规定的适用于被试样品的外部能量或多种能量制备。应确保能量符合要求。

对于需经调和的或其他方法制样的聚合物基冠桥材料，应按生产厂说明书制备试样，试验环境符合 7.1.1。

只需满足能制备一个试样的量即可。

若试验(7.5～7.9)需完全固化的试样，应确保试样从模具中取出后均匀，不借助放大设备目测检查试样应无缺口、裂缝或混入气泡。

注：为便于取出试样，可采用不影响固化反应的分离剂(例如：3%聚乙烯醚蜡己烷溶液)。

7.2 肉眼观察

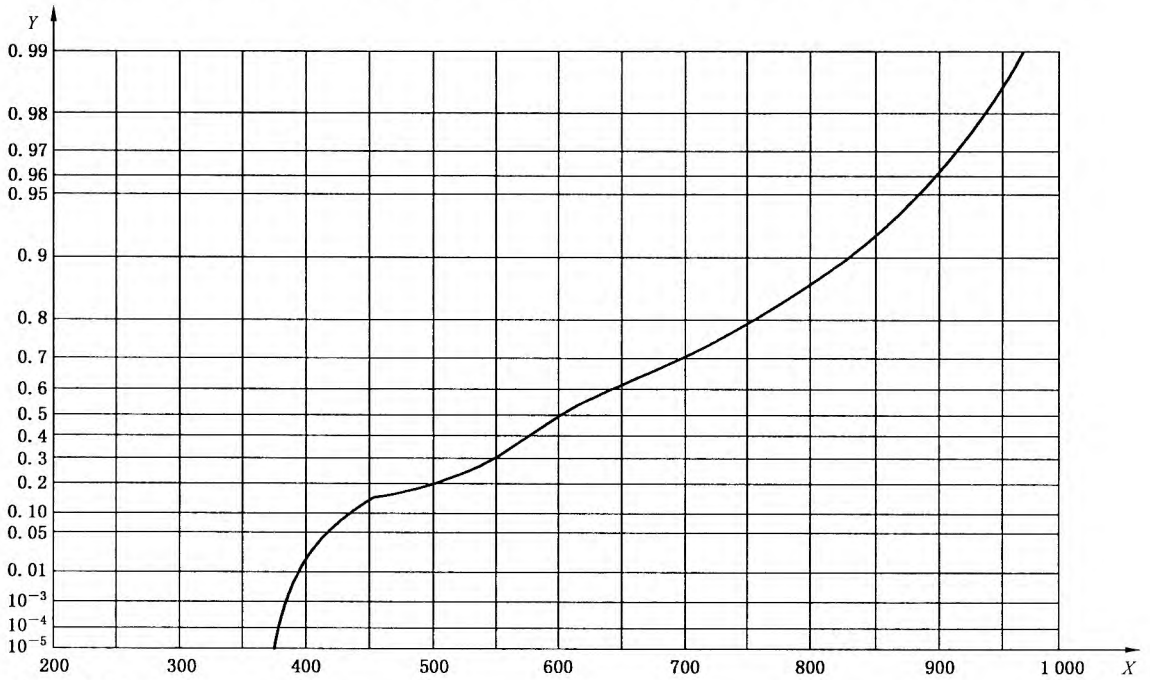
目力观察，确定试样是否符合第 8 章和第 9 章的要求。7.9 颜色的比对应按 YY/T 0631—2008 进行。

7.3 对环境光线敏感性(2 型 2 类聚合物基冠桥材料)

7.3.1 器具

7.3.1.1 氙灯或装有颜色转换滤光片的等效光源(符合 YY/T 0631—2008 要求)。

颜色转换滤光片应由 3 mm 的钢化玻璃制成，其内部透射率与图 1 所示相差不大于±10%。



X——波长，nm；

Y——内部透射。

图 1 颜色转换滤光片的内部透射率(7.3.1.1)

7.3.1.2 两片载玻片/板。

7.3.1.3 照度测试仪，例如照度计，能测试 8 000 lx±1 000 lx 的照度。

7.3.1.4 可调节的工作台。

7.3.1.5 黑色罩，用于遮挡照度计窗口。

注：目的是防止从照度计窗口反射的光线对试样观察有干扰。

7.3.1.6 计时器，精度为 1 s。

7.3.2 步骤

在暗室中，将照度计窗口(7.3.1.3)放在配有颜色转换滤光片(7.3.1.1)的氙灯下，其放置的高度可以提供 8 000 lx±1 000 lx 的照度[可调节工作台(7.3.1.4)完成此要求]。用黑色罩(7.3.1.5)覆盖照度计窗口。将质量约 30 mg 的聚合物基冠桥材料团块放在载玻片(7.3.1.2)上，然后移到照度计窗口上，光照 60 s±5 s。将带有试样的载玻片从照射区域移出，立即用第二张载玻片压挤聚合物基冠桥材料，平推成一薄层。肉眼观察材料是否具有物理均匀性。

注：试验中，如果聚合物基冠桥材料开始固化，薄层上将会出现裂缝、孔隙。将试样与未被照射的试样进行比较，有助于观察。

再重复上述完整过程两次，每次均使用新的聚合物基冠桥材料。

7.3.3 结果判定

记录 3 次试验结果。

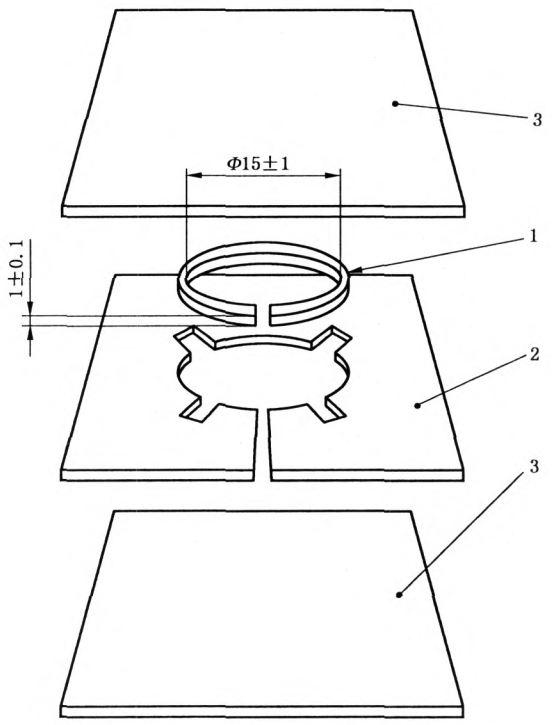
肉眼观察，如果 3 个试样都能保持物理均匀性，则聚合物基冠桥材料符合 5.2 的要求。否则聚合物基冠桥材料不符合 5.2 的要求。

7.4 固化深度(2型2类聚合物基冠桥材料)

7.4.1 器具

7.4.1.1 开口环形模具,如图2所示,直径为15 mm±1 mm,高度为1 mm±0.1 mm。

单位为毫米



1——开口环;

2——固位板或成型夹;

3——玻璃或金属板。

图2 固化深度、吸水溶解值、色泽一致性和色稳定性试样制备模具

7.4.1.2 透明玻璃板,约20 mm×20 mm×5 mm。

7.4.1.3 抛光金属板,约20 mm×2 mm×5 mm。

7.4.1.4 生产厂推荐的光源。

7.4.1.5 硬度计,可测量HV 0.5。

7.4.2 材料

7.4.2.1 白色滤纸。

7.4.2.2 无色、洁净、透明的聚酯薄膜,厚为50 μm±30 μm。

7.4.3 步骤

在抛光金属板(7.4.1.3)上覆盖一张白色滤纸(7.4.2.1),再盖一张聚酯薄膜(7.4.2.2),然后放上开口环形模具(7.4.1.1)。按生产厂使用说明书制备聚合物基冠桥材料,稍超填入开口环形模具中。其上再盖上另一张聚酯薄膜和玻璃板(7.4.1.2),挤出多余的材料。按生产厂说明书透过聚酯薄膜照射开口模具中的试样。从开口环形模具中取出试样。

制备3个试样,将其保存于37 ℃±1 ℃的水中24 h。按GB/T 4340.1—1999的规定对试样的上表面和下表面各进行3次硬度试验。

7.4.4 结果评定

每个试样每个表面的3个硬度值取平均值,作为该表面的硬度。

3个试样的结果应符合5.3的规定。否则聚合物基冠桥材料不符合5.3的要求。

7.5 表面抛光性

按生产厂使用说明书对制备的试样进行抛光。如果生产厂未给出特殊步骤，则用一个18～36层厚的细棉抛光轮沾着碳酸钙抛光剂以650 m/min±350 m/min的线速度进行抛光，抛光时间不超过1 min。细棉抛光轮的外周与缝合线或其他加强件的距离至少10 mm。

用清水彻底清洗试样，抹干水分，目力观察表面是否符合5.4要求。

注：直径为70 mm的抛光轮，以1 500 r/min的转速转动，其线速度为330 m/min；直径为100 mm的抛光轮，以3 500 r/min的转速转动，其线速度为1 100 m/min。

7.6 挠曲强度

7.6.1 器具

7.6.1.1 对开不锈钢模具，涂上分离剂(如3%聚乙烯醚蜡已烷溶液)，如图3所示，置于合适的夹具上。

单位为毫米

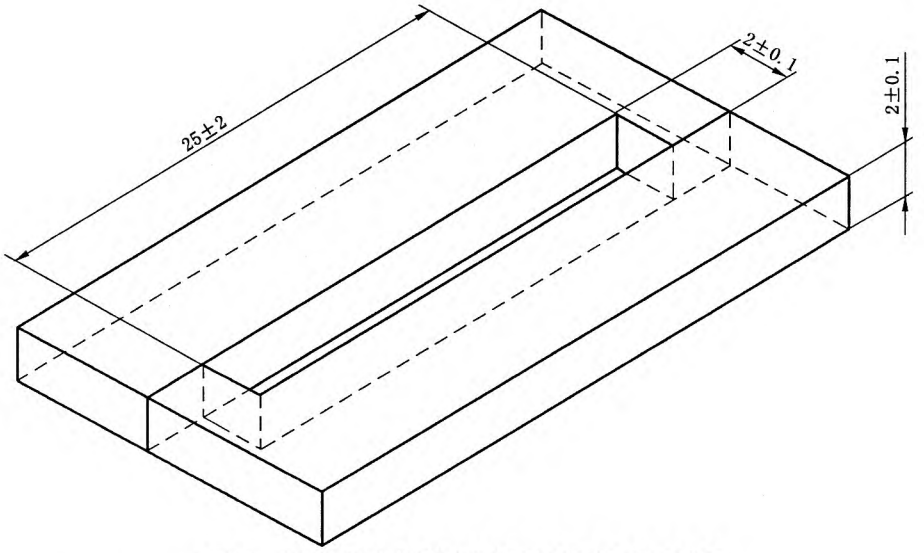


图3 挠曲强度试样制样用不锈钢对开模具

7.6.1.2 二块玻璃或金属板，约30 mm×30 mm×2 mm。

7.6.1.3 小螺旋夹。

7.6.1.4 生产厂推荐的聚合设备。

7.6.1.5 37 ℃±1 ℃的烤箱。

7.6.1.6 挠曲强度试验机，经适当的校准，使具有恒定的十字头速度1.0 mm/min±0.3 mm/min。试验机包括2个直径2 mm，中心相距20 mm的平行杆和置于2个支座中间的第三根直径为2 mm的杆，三者平行，以便进行三点弯曲试验。也可使用具有恒定加载速率为50 N/min±16 N/min的其他设备。

7.6.1.7 精度为0.01 mm的螺旋测微计。

7.6.2 材料

7.6.2.1 白色滤纸，同7.4.2.1。

7.6.2.2 聚酯薄膜，同7.4.2.2。

7.6.2.3 水砂纸，符合GB/T 9258.1—2000的P220～P320。

7.6.2.4 水，符合GB/T 6682—2008的2级水。

7.6.3 试样制备

7.6.3.1 1型和2型1类聚合物基冠桥材料

将一块金属或玻璃板(7.6.1.2)上覆盖聚酯薄膜(7.6.2.2)，放上模具(7.6.1.1)。将按生产厂说明书制备的试样立即稍超填于模具中，放上第二张聚酯薄膜，再盖上第二块金属或玻璃板。用螺旋夹(7.6.1.3)夹紧，小心挤出多余的材料。

按生产厂说明书(7.6.1.4)的规定对材料进行聚合。聚合 15 min 后从模具中取出试样,轻轻地用水砂纸(7.6.2.3)磨除飞边,不要磨损其他表面,之后将试样浸入 37 ℃±1 ℃(7.6.1.5)的水(7.6.2.4)中直到试验(7.6.4)开始。

制备 5 个试样。

7.6.3.2 2 型 2 类和 3 型聚合物基冠桥材料

用玻璃板作底板和顶板。在一块玻璃板(7.6.1.2)上覆盖白色滤纸(适用于 2 型 2 类聚合物基冠桥材料)(7.6.2.1),再在滤纸上覆盖一张聚酯薄膜(7.6.2.2),然后放上模具(7.6.1.1)。将按生产厂说明书制备的试样稍超填于模具中,同 7.6.3.1。在模具中的聚合物基冠桥材料上放第二张聚酯薄膜,再放上第二块玻璃板,用螺旋夹(7.6.1.3)夹紧,小心挤出多余的材料。

按生产厂说明书(7.6.1.4)的规定对材料进行聚合。从玻璃顶板上照射试样,移除两块玻璃板和白色滤纸。从另一面照射试样。聚合 15 min 后小心从模具中取出试样,轻轻地用水砂纸(7.6.2.3)磨除飞边,不要磨损其他表面。之后将试样浸入 37 ℃±1 ℃(7.6.1.5)的水(7.6.2.4)中直到试验(7.6.4)开始。

制备 5 个试样。

7.6.4 步骤

开始制备试样 24 h 后,测量试样的宽度和厚度,精确至 0.01 mm。使用挠曲强度试验机(7.6.1.6)以 1 mm/min±0.3 mm/min 的十字头速度或 50 N/min±16 N/min 的加载速率加载直至试样断裂。2 型 2 类和 3型材料的试样受力面应为材料的首次照射面。

7.6.5 结果表达

7.6.5.1 计算

按下式计算挠曲强度 σ_B,单位为 MPa:

$$\sigma_B = \frac{3Fl}{2bh^2}$$

式中:

F——施加的最大力,单位为牛(N);

l——支点距离,单位为毫米(mm),如 20 mm;

b——试样的宽度,单位为毫米(mm);

h——试样的厚度,单位为毫米(mm)。

7.6.5.2 结果判定

若至少有 4 个试样结果≥50 MPa,则聚合物基冠桥材料符合 5.5 的要求。

若少于 3 个试样的结果≥50 MPa,则聚合物基冠桥材料不符合 5.5 要求。

若 3 个试样的结果≥50 MPa,则应重新进行全部试验。若第二次试验的全部结果均≥50 MPa,则聚合物基冠桥材料符合 5.5 的要求。

结果判定见表 3。

表 3 结果判定(7.6.5.2,7.7.5.2,7.8.5.2)

通过的试样数量/个	结果与要求的符合性
首次试验	
4～5	符合
3	重复试验
0～2	不符合
第二次试验(重复)	
5	符合
0～4	不符合

7.7 粘接强度

有两种试验方法:方法 1 和方法 2。

7.7.1 方法 1

7.7.1.1 器具

7.7.1.1.1 模具,由不锈钢材料制作;内为截锥形型腔,一端的直径为 5 mm±0.1 mm,另一端的直径为 4.9 mm±0.1 mm,高度为 2.5 mm±0.05 mm;边缘锐利。

模具内可涂分离剂,如 3%聚乙烯醚蜡已烷溶液。

7.7.1.1.2 5 块金属板,是采用牙科技工室技术,使用适于制作冠桥的合金制作的。

板的尺寸为:(20±1) mm×(10±1) mm×(2±0.5) mm。

测试表面应当平坦,按照生产厂推荐的方法抛光。如果生产厂没有推荐特殊的品牌,则所使用的合金或金属,应符合 ISO 22674 有关合金或产品的相关规定。

7.7.1.1.3 聚合设备,由生产厂推荐,同 7.6.1.4。

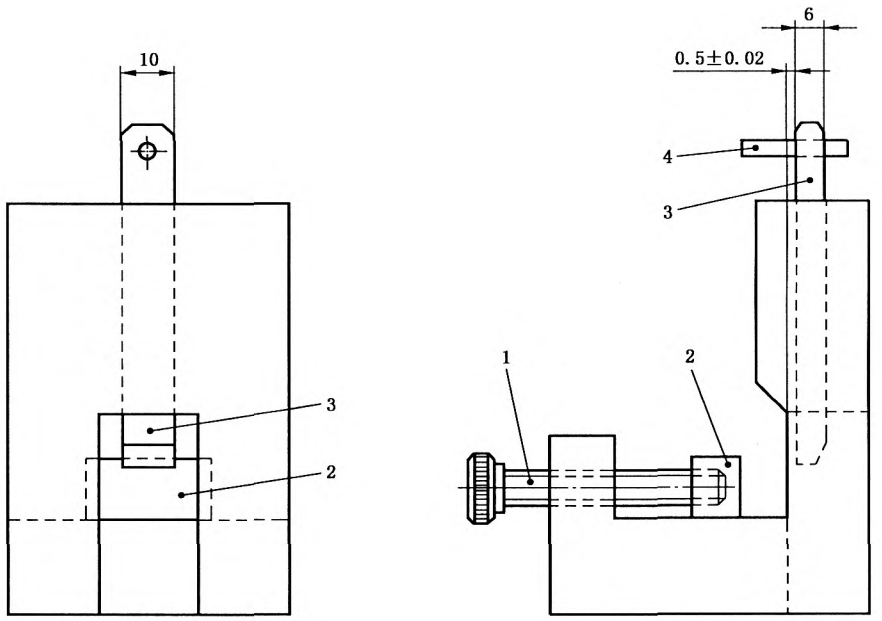
7.7.1.1.4 冷热循环仪,能自动使试样浸泡在 5 ℃±1 ℃的水中 30 s～35 s,55 ℃±1 ℃的水中 30 s～35 s,循环 5 000 次。

7.7.1.1.5 剪切粘接强度试验装置(如图 4 所示),能在距金属板(7.7.1.1.2)表面 0.5 mm±0.02 mm 处施力。

7.7.1.1.6 万能力学试验机,恒定十字头速度为 1 mm/min±0.3 mm/min,系统能记录力值的精度为 2%,见 7.6.1.6。

也可以使用具有恒定加载速率为 50 N/min±16 N/min 的其他仪器。

单位为毫米



1——固定螺丝;
2——固定板;
3——剪切压头;
4——定位销。

图 4 剪切粘接强度试验装置

7.7.1.2 材料

7.7.1.2.1 聚酯薄膜，见 7.4.2.2。

7.7.1.3 试样制备

按照生产厂推荐的方法处理粘接系统中的金属板(7.7.1.1.2)，将遮色树脂应用于粘接区域，并按照聚合物基冠桥材料生产厂推荐的方法(7.7.1.1.3)使其固化。将模具(7.7.1.1.1)放于遮色树脂层上，将模具截锥形型腔较宽的部位正对遮色树脂层。将聚合物基冠桥材料压入模具中，用聚酯薄膜(7.7.1.2.1)覆盖。根据生产厂的说明书(7.7.1.1.3 和 9.1)固化聚合物基冠桥材料。

制备 5 个试样。

为了使在向模具中压入冠桥材料时，模具不会被移动，建议用夹子将不锈钢模具(7.7.1.1.1)固定在金属板上。

7.7.1.4 步骤

聚合物基冠桥材料固化后，小心去除模具，将试样放入 23 ℃±2 ℃的条件下干燥 24 h±2 h。然后将试样浸入 5 ℃±1 ℃的水中 30 s～35 s 和 55 ℃±1 ℃的水中 30 s～35 s，循环 5 000 次(7.7.1.1.4)。

把试样从水(7.7.1.1.4)中取出，以互成直角的方式测量粘接的聚合物基冠桥材料试样的两个直径。用平均直径计算粘接表面积 A。

将未干燥的试样放入剪切粘接强度试验装置(图 4)中，注意让金属板与仪器的固定板相接触。然后将装置放入万能力学试验机(7.7.1.1.6)中，以恒定十字头速度 1 mm/min±0.3 mm/min 或 50 N/min±16 N/min 的加载速率对试样施力，直至断裂，记录试样断裂时的力值 F。

7.7.1.5 结果表达

7.7.1.5.1 计算

计算粘接强度 B，单位为 MPa，公式如下：

$$B = \frac{F}{A}$$

式中：

F——试样断裂时的力值，单位为牛(N)；

A——粘接面积，单位为平方毫米(mm^2)。

7.7.1.5.2 结果判定

报告所有粘接强度的数值，单位为 MPa，同时说明试验中使用的合金类型和商品名。

若至少有 4 个试样的结果≥5 MPa，则聚合物基冠桥材料符合 5.6.1 的要求。

若少于 3 个试样的结果≥5 MPa，则聚合物基冠桥材料不符合 5.6.1 的要求。

若 3 个试样的结果≥5 MPa，则应重新进行全部试验。若第二次试验的全部结果均≥5 MPa，则聚合物基冠桥材料符合 5.6.1 的要求。

结果判定见表 3。

如果生产厂声称的粘接强度大于 5 MPa，则 5 个试样中至少有 4 个试样或第二次试验的 10 个试样中至少有 8 个试样的结果不小于生产厂规定值的 80%，则符合 5.6.2 所规定的要求。

7.7.2 方法 2

7.7.2.1 器具

7.7.2.1.1 聚四氟乙烯对开模具，内为圆柱形型腔，直径为 5 mm±0.1 mm，高度为 2.5 mm±0.05 mm；边缘锐利。

模具内可涂分离剂，如 3%聚乙烯醚蜡己烷溶液。

7.7.2.1.2 5 块金属板，是采用牙科技工室技术，使用适于制作冠桥的合金制作的。

金属板的尺寸为：(10±1)mm×(10±1)mm×(2±0.5)mm。

测试表面应当平坦，按照生产厂推荐的方法抛光。如果生产厂没有推荐特殊的品牌，则所使用的合金或金属，应符合 ISO 22674 有关合金或产品的相关规定。

7.7.2.1.3　不锈钢对开包埋模具，具有直径为 $20_{-0.5}^{0}$ mm、高至少为 20 mm 的圆柱形型腔，用于包埋金属板。

7.7.2.1.4　聚合设备，同 7.7.1.1.3。

7.7.2.1.5　冷热循环仪，同 7.7.1.1.4。

7.7.2.1.6　剪切粘接强度试验装置（如图 5 所示），能在距金属板（7.7.2.1.2）表面 0.5 mm±0.02 mm 处施力。

单位为毫米

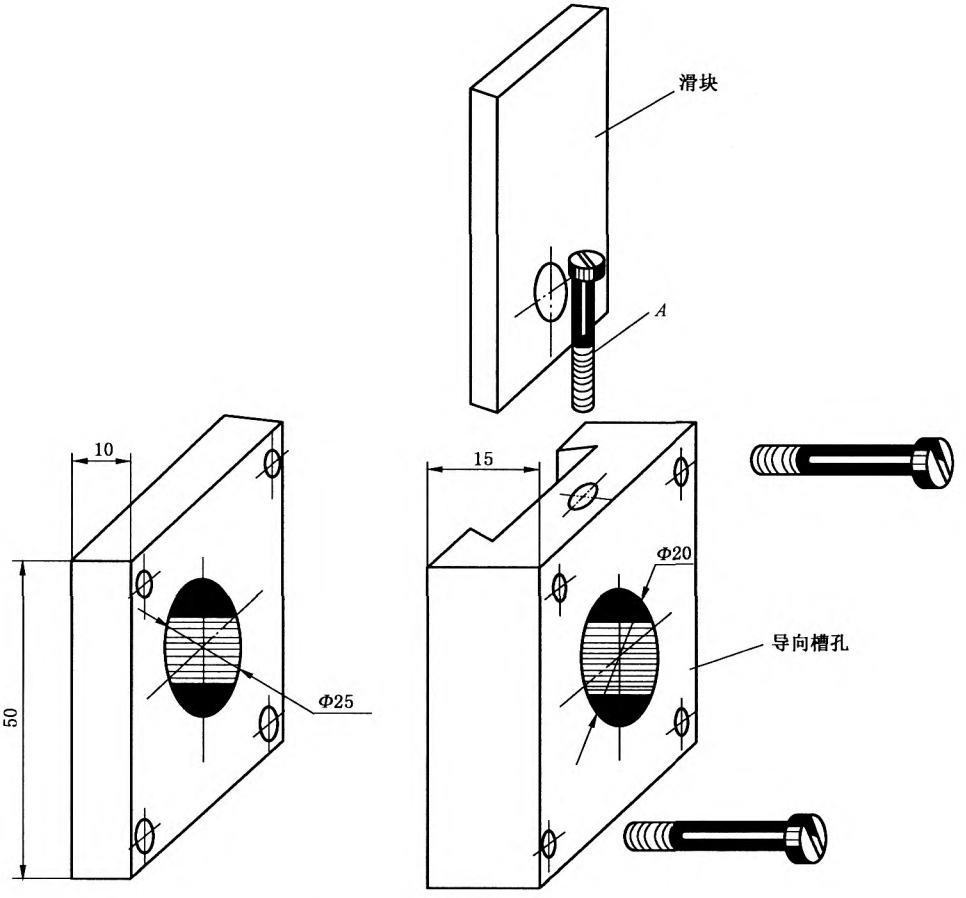


图 5　剪切粘接强度试验装置

7.7.2.1.7　万能力学试验机，同 7.7.1.1.6。

7.7.2.2　**材料**

7.7.2.2.1　聚酯薄膜，同 7.7.1.2.1。

7.7.2.3　**试样制备**

将金属板置于不锈钢对开包埋模具（7.7.2.1.3）型腔底，然后充填自凝树脂。待自凝树脂固化后，从模具中取出。

按照生产厂推荐的方法处理粘接系统中的金属板（7.7.2.1.2），将遮色树脂应用于粘接区域，并按照聚合物基冠桥材料生产厂推荐的方法（7.7.2.1.4）使其固化。将一带有直径为 5 mm 圆孔的胶布带贴于遮色树脂上，以互成直角的方式测量胶布带圆孔的直径，精确到 0.1 mm，用平均直径计算粘接表面

积 A。将聚四氟乙烯模具(7.7.2.1.1)对准胶布带圆孔放于胶布带上。将聚合物基冠桥材料压入模具中,用聚酯薄膜(7.7.2.2.1)覆盖。根据生产厂的说明书(7.7.2.1.4 和 9.1)固化聚合物基冠桥材料。

制备 5 个试样。

为了使在向模具中压入冠桥材料时,模具不会被移动,建议用夹子将聚四氟乙烯模具(7.7.2.1.1)固定在金属板上。

7.7.2.4 步骤

聚合物基冠桥材料固化后,小心去除模具,将试样放入 23 ℃±2 ℃的条件下干燥 24 h±2 h。然后将试样浸入 5 ℃±1 ℃的水中 30 s～35 s 和 55 ℃±1 ℃的水中 30 s～35 s,循环 5 000 次(7.7.2.1.5)。把试样从水(7.7.2.1.5)中取出。

将未干燥的试样放入剪切粘接强度试验装置(图 5)的导向槽孔中,使圆柱形聚合物基冠桥材料试样紧贴滑块,然后旋紧固定螺丝 A,再将其放入试验用的加荷装置两板之间。将整套装置放入万能力学试验机(7.7.2.1.7)中,以恒定十字头速度 1 mm/min±0.3 mm/min 或 50 N/min±16 N/min 的加载速率沿滑块方向对试样施力,直至断裂,记录试样断裂时的力值 F。

7.7.2.5 结果表达

同 7.7.1.5。

7.8 吸水值和溶解值

7.8.1 器具

7.8.1.1 如图 2 所示的开口环形模具,同 7.4.1.1。

7.8.1.2 玻璃板,同 7.4.1.2。

7.8.1.3 小螺旋夹,同 7.6.1.3。

7.8.1.4 聚合设备,由生产厂推荐,同 7.6.1.4。

7.8.1.5 塑料镊子。

7.8.1.6 37 ℃±1 ℃烤箱,同 7.6.1.5。

7.8.1.7 两个保干器,装有硅胶(7.8.2.3)。

7.8.1.8 分析天平,精度为 0.05 mg。

7.8.2 材料

7.8.2.1 白色滤纸,同 7.4.2.1。

7.8.2.2 聚酯薄膜,同 7.4.2.2。

7.8.2.3 新鲜干燥的硅胶,130 ℃干燥 5 h。

7.8.2.4 氧化铝研磨粉,粒度约为 0.3 μm。

7.8.2.5 水,符合 GB/T 6682—2008 的 2 级水。

7.8.3 试样制备

在一块玻璃板(7.8.1.2)上盖上一张白色滤纸(7.8.2.1)[适用于 2 型2 类和 3 型材料(若是光激活双重固化的)的聚合物基冠桥材料],再放一张聚酯薄膜(7.8.2.2),之后放上开口环形模具(7.8.1.1)。将按生产厂说明书制备的试样立即稍超填于开口环形模具中,避免混入空气。在模具中的聚合物基冠桥材料上放上第二张聚酯薄膜(7.8.2.2),再放上第二块玻璃板(7.8.1.2),用螺旋夹(7.8.1.3)夹紧,小心挤出多余的材料。卸掉螺旋夹,然后根据生产厂说明书(7.8.1.4)使聚合物基冠桥材料聚合。2 型 2 类和 3 型聚合物基冠桥材料,首先通过上玻璃板照射试样,然后拆除两片玻璃和白色滤纸,再从试样的另一面照射材料。

将试样从开口环形模具中取出,对试样两面进行湿磨抛光,即在绒布上用氧化铝研磨粉(7.8.2.4)进行湿磨抛光,使试样厚度为 1.0 mm±0.2 mm。为了避免弄脏试样,每次打磨后都要用塑料镊子(7.8.1.5)操作。以互成直角的方式,两次测量试样的直径,精确到 0.01 mm,取直径的平均值。测量试样圆心处的厚度以及周边等分四点处的厚度,精确到 0.01 mm。计算面积,用 mm^2 表示,取直径和厚度

的平均值计算体积 V，用 mm^3 表示。

制备 5 个试样。

7.8.4 步骤

将抛光的试样置于温度为 37 ℃±1 ℃(7.8.1.6)的一个保干器(7.8.1.7)内。22 h 后再将试样置于温度为 23 ℃±2 ℃的另一个保干器(7.8.1.7)内 2 h。此时取出试样逐一进行称重，精确至 0.1 mg(7.8.1.8)。重复上述干燥步骤，直至试样最终达到恒定质量，记录为 m_1。即在 24 h 内，每个试样的质量变化量小于 0.1 mg。试样在 37 ℃±1 ℃(7.8.1.6)的 20 mL 水(7.8.2.5)中浸泡 7 d 后，分别取出试样，用水(7.8.2.5)冲洗，然后用吸水纸吸干肉眼可见水分。在空气中晃动 15 s，试样从水中取出 1 min 后称重(m_2)。称重后，按上述描述的步骤，将试样重新放回保干器继续恒重，直至试样的质量变化量在 24 h 内小于 0.1 mg，记录最后的恒重质量为 m_3。

每次称量后，用新鲜干燥的硅胶替换原来的硅胶(7.8.2.3)。

注：试样达到恒重质量约需 2 周～3 周。

7.8.5 结果表达

7.8.5.1 吸水值计算

按下式分别计算 5 个试样的吸水值 ρ_{ws}，单位为 $\mu g/mm^3$，精确至 0.1 $\mu g/mm^3$：

$$\rho_{ws}=(m_2-m_3)/V$$

式中：

m_2——试样浸水 7 d 后的质量，单位为微克(μg)(见 7.8.4)；

m_3——试样浸水 7 d 后的恒定质量，单位为微克(μg)(见 7.8.4)；

V——试样体积，单位为立方毫米(mm^3)(见 7.8.3)。

7.8.5.2 吸水值结果判定

若至少有 4 个试样的结果≤40$\mu g/mm^3$，则聚合物基冠桥材料符合 5.7 的要求。

若少于 3 个试样的结果≤40$\mu g/mm^3$，则聚合物基冠桥材料不符合 5.7 的要求。

若 3 个试样的结果≤40 $\mu g/mm^3$，则应重新试验。若第二次试验的 5 个结果均≤40 $\mu g/mm^3$，则聚合物基冠桥材料符合 5.7 的要求，否则不符合。

结果判定见表 3。

7.8.5.3 溶解值计算

按下式分别计算 5 个试样的溶解值 ρ_{sl}，单位为 $\mu g/mm^3$，精确至 0.1 $\mu g/mm^3$：

$$\rho_{sl}=(m_1-m_3)/V$$

式中：

m_1——试样浸水前恒定质量，单位为微克(μg)(见 7.8.4)；

m_3——试样浸水 7 d 后的恒定质量，单位为微克(μg)(见 7.8.4)；

V——试样体积，单位为立方毫米(mm^3)(见 7.8.3)。

7.8.5.4 溶解值结果判定

若至少有 4 个试样的结果≤7.5 $\mu g/mm^3$，则聚合物基冠桥材料符合 5.8 的要求。

若少于 3 个试样的结果≤7.5 $\mu g/mm^3$，则聚合物基冠桥材料不符合 5.8 的要求。

若 3 个试样的结果≤7.5 $\mu g/mm^3$，则应重新试验。若第二次试验中至少 4 个试样的结果≤7.5 $\mu g/mm^3$，则聚合物基冠桥材料符合 5.8 的要求，否则不符合。

结果判定见表 4。

注：溶解性试验是一个对操作技术敏感的试验。因此，对重复试验的要求低于本标准中的其他试验。溶解性是评价聚合物基冠桥材料质量的重要指标。

表 4　溶解值的结果判定(7.8.5.4)

通过的试样数量/个	结果与要求的符合性
首次试验	
4～5	符合
3	重复试验
0～2	不符合
第二次试验(重复)	
4～5	符合
0～3	不符合

7.9　色泽一致性和色稳定性

7.9.1　一般要求

本试验目的是评价不同批次(5.9)产品间的色泽差异。以及同一批次产品的颜色稳定性(5.10)。颜色稳定性是通过比较浸水后经氙灯照射和未照射的聚合物基冠桥材料,以及浸水和不浸水的试样的颜色稳定性。按照 YY/T 0631—2008 进行此项试验。

7.9.2　器具

7.9.2.1　开口环形模具,如图 2,见 7.4.1.1。

7.9.2.2　玻璃板,见 7.4.1.2。

7.9.2.3　小螺旋夹,见 7.6.1.3。

7.9.2.4　生产厂推荐的聚合设备,见 7.6.1.4。

7.9.2.5　37 ℃±1 ℃烤箱,见 7.6.1.5。

7.9.2.6　照射光源,根据 YY/T 0631—2008。

7.9.3　材料

7.9.3.1　白色滤纸,见 7.4.2.1。

7.9.3.2　聚酯薄膜,见 7.4.2.2。

7.9.3.3　氧化铝研磨粉,粒度约为 0.3 μm,见 7.8.2.4。

7.9.4　试样制备

制备 12 个试样,每个批号 3 个试样(6.1 一个批号,6.2 一个批号,6.3 再加两个其他批号),按照 7.8.3制备试样,按照生产厂说明书(7.9.2.4)进行聚合。从开口环形模具中分离试样,对试样两面进行湿磨抛光,即在绒布上用氧化铝研磨粉(7.9.3.3)进行湿磨抛光,使试样厚度为 1.0 mm±0.2 mm。

7.9.5　步骤

7.9.5.1　试样 1:从每个批号中各取一个试样放于 23 ℃±2 ℃黑暗干燥的室温下 7 d。此试样为参比试样。

7.9.5.2　试样 2:从每个批号中各取一个试样,将试样浸入黑暗恒温箱(7.9.2.5)中的 37 ℃±1 ℃蒸馏水中保存 7 d。此试样用来反映试验单纯吸水后的颜色变化。

7.9.5.3　试样 3:从每个批号中各取一个试样,将试样放于 37 ℃±1 ℃黑暗干燥的烤箱(7.9.2.5)内保存 24 h±2 h。再从烤箱中取出,用铝箔或锡箔遮住试样的一半。将此试样浸在照射室(7.9.2.6)内的 37 ℃±5 ℃的水中,并对其照射 24 h。确保水面比试样高 10 mm±3 mm。照射后,去除金属箔,再将试样放回 37 ℃±1 ℃的烤箱中,在黑暗干燥的环境中保存 5 d。此试样用来反映吸水和氙灯照射后颜色的变化。

7.9.6　颜色比对

将试样从烤箱中取出,擦干湿试样。

颜色一致性比较：将 6.1 和 6.2 取样的两个批次的试样进行颜色一致性比较。即按照 YY/T 0631—2008比较同等处理的两个批次的试样之间的颜色和两个批次之间的试样 3 两半圆的颜色。

色稳定性比较：用按照 6.1、6.2 和 6.3 取样的 4 个不同批次的试样进行色稳定性比较。即按照 YY/T 0631—2008 比较每个试样 3 的两半圆之间的颜色和每一批次的所有 3 个试样间的颜色的任何变化。

7.9.7 色泽一致性的结果判定

如果同等处理的 3 对试样之间和同等处理的两个批次之间试样 3 两半圆的颜色仅有轻微的变化，则聚合物基冠桥材料符合 5.9 的要求。

7.9.8 色稳定性的结果判定

如果试样 3 的两个半圆之间和同批次的 3 个试样之间颜色仅有轻微的变化，则聚合物基冠桥材料符合 5.10 的要求。

8 包装和标签

8.1 包装

聚合物基冠桥材料的所有组分应包装在能对内容物起有效保护作用的包装内。在包装和容器上标示的失效期之前，聚合物基冠桥材料的质量不受影响[见 8.2.2g)和 8.2.3 g)]。

注：内包装是聚合物基冠桥材料的直接包装，外包装也可以包装多个内包装或单个内包装，作为一个包装件。

8.2 标签

8.2.1 一般要求

如果不能将所有信息列在内包装的标签上，除了生产厂名称和/或分销商，商品名，色号，颜色描述，失效期以外，其他相关信息应附在外包装或使用说明书上。

8.2.2 外包装标签

每一个外包装的标签上至少应有下列信息：

a) 生产厂和/或分销商的名称及地址；

b) 聚合物基冠桥材料的产品名称和/或商品名；

c) 根据第 4 章对聚合物基冠桥材料的类和型，和/或用清晰的语言对材料进行描述；

d) 与生产厂的比色板或生产厂推荐的比色板一致的色标或描述；

e) 内容物的净重，以 g 或 mL 表示；

f) 推荐的储存条件；

g) 按照 GB/T 7408—2005，产品在推荐的保存条件下，用年和月表示的失效期；

h) 依据生产厂的记录的产品批号(批次编号)。

8.2.3 内包装标签

每一个容器的标签至少含有如下信息：

a) 生产厂和/或分销商的名称及地址；

b) 聚合物基冠桥材料的产品名称和/或商品名；

c) 根据第 4 章对聚合物基冠桥材料的分类和/或用清晰的语言对材料进行描述；

d) 与生产厂的比色板或生产厂推荐的比色板一致的色标或描述；

e) 内容物的净重，以 g 或 mL 表示；

f) 推荐的储存条件；

g) 按照 GB/T 7408—2005，产品在推荐的保存条件下，用年和月表示的失效期；

h) 依据生产厂的记录的产品批号(批次编号)。

9 生产厂使用说明书

9.1 使用说明

生产厂应向用户提供使用说明书及产品的描述，每一套或每一个包装的聚合物基冠桥材料至少附有如下信息：

a) 生产厂和/或分销商的名称及地址；
b) 聚合物基冠桥材料的产品名称和/或商品名；
c) 聚合方法，如压力、热、自凝、可见光和/或紫外光固化；
d) 应用范围；
e) 如果生产厂声明其产品符合本标准，还应有本标准中聚合物基冠桥材料不能用于后牙承力区的说明；
f) 成分的说明，包括主要的有机成分及填料（如：钡玻璃）的类型；
g) 无机填料颗粒尺寸范围和无机填料所占体积或重量百分比；
h) 金属表面的固位方式和/或处理方法；
i) 如果生产厂声称聚合物基冠桥材料与金属之间可以不借助机械固位而粘接，则应说明使用方法和金属的处理方法；
j) 若需要，给出树脂涂敷于金属的过程；
k) 制备方法和各成分的比例，依据生产厂的比色板或生产厂推荐的比色板选择颜色和调和步骤，能够对聚合物基冠桥材料产生不利影响的温度、湿度及环境光线条件以及应采取的预防措施；
l) 如果适用，应给出有关聚合物基冠桥材料在操作方面的任何特殊注意事项，包括对聚合物基冠桥材料的物理性能无不良影响，所允许加入着色剂的最大比例和所使用的搅拌器；
注：可包括上述操作的环境条件。
m) 使用聚合物基冠桥材料的操作步骤；
n) 工作时间，若适用；
o) 1 型聚合物基冠桥材料的固化时间；
p) 推荐的 2 类聚合物基冠桥材料的聚合所需要的外界能源或多种能源、聚合时间和固化深度；
q) 推荐的 3 类聚合物基冠桥材料的固化时间、所需外界能源或多种能源和聚合时间；
r) 推荐的打磨和抛光步骤以及使用的研磨剂；
s) 应用的限制范围和副作用；
t) 推荐的各成分保存条件（如冷藏）；
u) 生产厂说明书的出版日期。

注：生产厂可根据自己的情况或法规的要求提供其他附加信息。

9.2 比色板

生产厂应提供或推荐一种合适的比色板。

YY 0710—2009

参 考 文 献

[1] YY 1042—2003 牙科学 聚合物基充填、修复和粘接材料(ISO 4049:2000,MOD)

[2] YY 0622—2008 牙科树脂基窝沟封闭剂(ISO 6874:1988,IDT)

[3] 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

[4] GB/T 16886.1 医疗器械生物学评价 第1部分:评价和试验(GB/T 16886.1—2001,idt ISO 10993-1:1997)

YY 0710-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-20076

定价: 21.00 元