ICS 11.060.10
C 33

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY 0270.1—2011/ISO 20795-1:2008
代替 YY 0270—2003,YY 0768—2009

牙科学　基托聚合物
第1部分:义齿基托聚合物

Dentistry—Base polymers—Part 1:Denture base polymers

(ISO 20795-1:2008,IDT)

2011-12-31 发布　　2013-06-01 实施

国家食品药品监督管理局　发布

目　次

前言 …… Ⅲ
引言 …… Ⅳ
1 范围 …… 1
2 规范性引用文件 …… 1
3 术语和定义 …… 1
4 分类 …… 3
5 要求 …… 3
5.1 未聚合的材料 …… 3
5.2 聚合后的材料 …… 3
6 抽样 …… 5
7 试样制备 …… 5
7.1 试验环境 …… 5
7.2 步骤 …… 6
7.3 专用设备 …… 6
8 试验方法 …… 6
8.1 目测检查 …… 6
8.2 装盒塑性 …… 6
8.3 颜色 …… 8
8.4 色稳定性 …… 8
8.5 抛光性能、半透明度、无孔隙、极限挠曲强度和挠曲弹性模量 …… 10
8.6 用改良弯曲试验测断裂韧性 …… 13
8.7 与合成聚合物牙的粘接 …… 17
8.8 残余甲基丙烯酸甲酯单体 …… 18
8.9 吸水值和溶解值 …… 22
9 制造商提供的标签、标志、包装及说明书的要求 …… 23
9.1 包装 …… 23
9.2 外包装和容器的标志 …… 24
9.3 产品使用说明书 …… 24
附录A（规范性附录） 高压液相色谱法测MMA含量 …… 26
参考文献 …… 28

前　言

本部分的全部技术内容为强制性。

YY 0270《牙科学　基托聚合物》包括如下两部分：

——第1部分：义齿基托聚合物；

——第2部分：正畸基托聚合物。

本部分为第1部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替YY 0270—2003《牙科学　义齿基托聚合物》及YY 0768—2009《牙科学　义齿基托聚合物　冲击强度试验》，与YY 0270—2003及YY 0768—2009相比，主要技术变化如下：

——增加了5.2.10，加强耐冲击性材料的最大应力强度因子性能要求以及试验方法的内容；

——增加了5.2.11，总断裂功的性能要求以及试验方法的内容；

——本部分中用“8.6，用改良弯曲试验测断裂韧性”代替了YY 0768—2009《牙科学　义齿基托聚合物　冲击强度试验》。

本部分使用翻译法等同采用ISO 20795.1:2008《牙科学　基托聚合物　第1部分：义齿基托聚合物》和ISO 20795.1:2008/Cor.1:2009《牙科学　基托聚合物　第1部分：义齿基托聚合物技术勘误表1》。

本部分做了下列编辑性修改：

——删除ISO前言和ISO引言；

——删除ISO的1.2，增加9.3n)材料的主要成分及其含量。

与本部分中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

——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 8601:2004,IDT)；

——GB/T 9937(所有部分)　口腔词汇[ISO 1942(所有部分)]；

——YY 0300—2009　牙科学　修复用人工牙(ISO 22112:2005,MOD)；

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

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本部分由国家食品药品监督管理局提出。

本部分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。

本部分起草单位：北京大学口腔医学院口腔医疗器械检验中心。

本部分主要起草人：林红、张殿云、郑睿、贺铭鸣、郑刚、徐永祥。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——ZBC 33020—1988；

——YY 0270—1995、YY 0270—2003；

——YY 0768—2009。

引　言

多年来，在牙科修复治疗中，基于甲基丙烯酸酯的高分子材料已广泛用于制作义齿基托。随着修复治疗技术的发展，市场上出现了部分性能加强型材料，例如耐冲击性能的材料。

本标准未包含生物危害性的定性和定量要求，但是在评价可能存在的生物学或毒理学危害时，推荐参照 GB/T 16886 和 YY/T 0268。

龙牛网 www.longniu.com 下载

牙科学 基托聚合物
第1部分:义齿基托聚合物

1 范围

1.1 本部分对义齿基托聚合物和共聚物进行了分类,规定了要求,也规定了确定符合要求所应用的试验方法,并对产品的包装、标志及所提供的应用材料的使用说明书的要求进行了规定。本部分适用于制造商声明的耐冲击性能材料的义齿基托聚合物,也规定了各自的要求和试验方法。

1.2 本部分中所指的义齿基托聚合物示例如下:

a) 聚丙烯酸酯类;
b) 含取代基的聚丙烯酸酯类;
c) 聚乙烯基酯类;
d) 聚苯乙烯;
e) 橡胶改性的聚甲基丙烯酸酯类;
f) 聚碳酸酯类;
g) 聚砜类;
h) 聚二甲基丙烯酸酯类;
i) 聚缩醛类聚甲醛;
j) a)~i)所列聚合物的共聚物或混合物。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

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

ISO 463:2006 产品几何量技术规范(GPS) 尺寸测量设备 机械千分表的设计和计量学特性[Geometrical Product Specifications(GPS)—Dimensional measuring equipment—Design and metrological characteristics of mechanical dial gauges]

ISO 1942 口腔词汇(Dentistry—Vocabulary)

ISO 3696 分析实验室用水规格和试验方法(Water for analytical laboratory use—Specification and test methods)

ISO 8601 数据元和交换格式 信息交换 日期和时间表示法(Data elements and interchange formats—Information interchange—Representation of dates and times)

ISO 22112:2005 牙科学 修复用人工牙(Dentistry—Artifical teeth for dental prostheses)

3 术语和定义

ISO 1942 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

自凝材料 autopolymerizable materials

由化学方法引发聚合,无需 65 ℃以上温度就可完成聚合的产品。

3.2

胶囊包装的材料 capsulated material

容器内装有彼此隔开的两种或两种以上成分的材料，使用时，将材料的各成分混合后直接从容器中取出使用。

3.3

义齿 denture

缺失牙齿及其相邻组织的人造替代物，还包括使其达到最佳功能的附属部分。

3.4

义齿基托 denture base

义齿的一部分，置于软组织上，人造牙安装其上。

3.5

热凝材料 heat-polymerizable materials

温度需要达65 ℃以上才能完成聚合的产品。

3.6

内包装 immediate container

直接与义齿基托材料接触的容器。

3.7

液剂 liquid

能与聚合物颗粒混合、形成制作义齿基托的能装盒的可塑性面团状或流动树脂基质的单体液体。

3.8

粉剂 powder

能与单体液体混合形成制作义齿基托的具有可塑性面团状或流动树脂基质的聚合物颗粒。

3.9

外包装 outer packaging

带有标签的容器，或其内装有其他容器的包装。

3.10

装盒 packing

(对义齿而言)(采用加压、浇注、注入技术)将材料充填于义齿基托型腔中形成义齿基托的操作过程。

3.11

初装盒时间 initial packing time

义齿基托材料从调和或其他操作结束后，至材料最初达到装盒稠度的时间。

3.12

终装盒时间 final packing time

达到初装盒时间后，义齿基托材料能保持装盒稠度的最后时间。

3.13

加工 processing

通过聚合或注塑成形，制备固体义齿基托和/或试样的过程。

3.14

热塑性的 thermoplastic, adj

硬质的聚合物材料通过加热可使其软化并能够成形，冷却后又能恢复到硬化状态的特性。

3.15

半透明性 translucency

一个材料体允许光通过，却使光漫散射，致使物体在另一边不能呈现清晰可见状态的能力。

龙牛网 www.longniu.com 下载

4 分类

本部分所指的义齿基托聚合物的分类如下：

——1 型：热凝材料；

- 1 类：粉剂和液剂；
- 2 类：可塑性膏体；

——2 型：自凝材料；

- 1 类：粉剂和液剂；
- 2 类：浇注型树脂的粉和液；

——3 型：热塑性坯料或粉末；

——4 型：光固化材料；

——5 型：微波固化材料。

5 要求

5.1 未聚合的材料

5.1.1 液剂组分

5.1.1.1 一般性能

液剂应由与粉剂相匹配的单体材料构成。

5.1.1.2 均匀性

肉眼观察(8.1.1)，液剂中不应有沉淀或杂质。

5.1.2 固态组分

肉眼观察(8.1.1)，固态和半固态组分中应无外来的杂质。

5.1.3 装盒塑性

在制造商推荐的初装盒时间，按照 8.2 对 1 型 1 类、2 型 1 类材料进行试验，材料挤入模具(8.2.2.1)深度不低于 0.5 mm(见 8.2.4.2)的孔数应至少有 2 个。在终装盒时间(见 8.2.4.3)对 1 型 1 类、1 型 2 类和 5 型材料进行试验，也应符合上述要求。

5.2 聚合后的材料

5.2.1 生物相容性

本部分未包含生物危害性的定性和定量要求，但是在评价可能存在的生物学或毒理学危害时，推荐参照 GB/T 16886.1 和 YY/T 0268。

5.2.2 表面特性

5.2.2.1 采用制造商推荐的加工方法以及与材料的接触方式，按照 8.4.3、8.8.2.2 和 8.9.3 制备的义齿基托试样，应具有光滑、光洁的硬表面(见 8.1.1)。

5.2.2.2 色稳定性试样、残余甲基丙烯酸甲酯单体试样以及吸水和溶解试验的试样在加工后应保持其形

状，且无可见的变形(见 8.1.1)。

5.2.2.3 按照 8.5.1.4 抛光，试样表面应平滑、有光泽。

5.2.3 成型性能

各类义齿基托聚合物按照制造商的说明制备的试验用试样(见 8.5.1.4)从型盒取出后，其边缘应清晰(见 8.5.1.4)。

5.2.4 颜色

按照 8.3 试验，按照 8.1.1 观察比较，试条颜色应与制造商的声明相符。

制造商应提供比色板。

着色的义齿基托聚合物应是半透明的(见 5.2.6 和 8.5.2)且着色剂和/或纤维均匀。

(透明)无色的义齿基托聚合物应无色透明。

5.2.5 色稳定性

按照 8.4 试验，按照 8.1.1 观察，试样的颜色应只能有轻微的变化。

5.2.6 兰透明性

按照 8.5.2.3 试验，透过试样应能看见被照射的不透明圆片的阴影。

5.2.7 无孔隙

按照 8.5.3.3 制备的试样，肉眼观察(见 8.1.1)应无孔隙。

5.2.8 极限挠曲强度

按照 8.5.3.5 试验， 1 型、3 型、4 型和 5 型聚合物的极限挠曲强度应不低于 65 MPa，2 型聚合物应不低于 60 MPa(见表 1)。

5.2.9 挠曲弹性模量

按照 8.5.3.5 试验，1 型、3 型、4 型和 5 型聚合物，加工后聚合物的挠曲弹性模量值应不低于 2 000 MPa，2 型聚合物应不低于 1 500 MPa(见表 1)。

5.2.10 耐冲击性能材料的最大应力强度因子

对于制造商声称加强耐冲击性能的材料，按 8.6 试验，最大应力强度因子应不低于 1.9 MPa $m^{1/2}$(见表 2)。

5.2.11 总断裂功

对于制造商声称耐冲击性能的材料，按 8.6 试验，总断裂功应不低于 900 J/m^2(见表 2)。

5.2.12 与合成聚合物牙的粘接

与合成聚合物牙一同使用的义齿基托聚合物应符合下列要求之一：

a) 按照 8.7 试验，义齿基托聚合物应能与符合 ISO 22112 粘接要求的合成聚合物牙粘接；

b) 如果粘接存在问题，制造商说明书中应给出获得粘接的特殊处理的信息[见 9.3k)]。

5.2.13 残余甲基丙烯酸甲酯单体

按照 8.8 制备试样并试验，应符合下列规定(见表 1)。

龙牛网 www.longniu.com 下载

1型、3型、4型和5型义齿基托聚合物的残余甲基丙烯酸甲酯单体含量最大值应为2.2%(质量分数)。

2型义齿基托聚合物的残余甲基丙烯酸甲酯单体含量最大值应为4.5%(质量分数)。

如果制造商声称其产品的残余甲基丙烯酸甲酯单体含量低于上述要求[见9.3m)],则残余单体含量测定值应不高于制造商声称值+0.2%(质量分数)(即测定值不大于制造商声称值与0.2%之和)。

5.2.14 吸水值

按照8.9对制备的试样进行试验,聚合物单位体积质量的增加值(吸水量)不应超过32 $\mu g/mm^3$(见表1)。

5.2.15 溶解值

按照8.9对制备的试样进行试验, 1型、3型、4型和5型聚合物的单位体积质量的减少值(被溶解物质)不应超过1.6 $\mu g/mm^3$;2型不应超过8.0 $\mu g/mm^3$(见表1)。

表1 在5.2.8,5.2.9,5.2.13,5.1.14和5.2.15中的要求的汇总

要求	挠曲性能		残余甲基丙烯酸甲酯单体质量分数百分比 最大	吸水值 w_{sp} $\mu g/mm^3$ 最大	溶解值 w_{sl} $\mu g/mm^3$ 最大
	极限挠曲强度 σ MPa 最小	挠曲弹性模量 E MPa 最小			
1,3,4,5型	65	2 000	2.2	32	1.6
2型	60	1 500	4.5	32	8.0

表2 对在5.2.10和5.2.11中描述的耐冲击性能材料的附加要求

要求	断裂韧性	
	最大应力强度因子 K_{max} $MPam^{1/2}$ 最小	总断裂功 W_f J/m^2 最小
耐冲击性能材料	1.9	900

6 抽样

从一个或几个零售包装中抽取足够数量的材料,用于规定的试验,包括允许的必要的重复试验。若是几个包装,则所有材料应为同一批号。

7 试样制备

7.1 试验环境

除本部分或制造商另有特殊规定外,所有试样的制备和试验均应在(23±2)℃、相对湿度(50±10)%的环境下进行。

7.2 步骤

除本部分另有规定外，应采用制造商说明书(见 9.3)推荐的设备和方法对制备试样所用的材料进行准备、操作和加工。

需两种或更多组分调和制备的试样，每个试样或试条应单独制备。

7.3 专用设备

制造商规定的用于材料加工的特殊设备，应由制造商提供。

8 试验方法

8.1 目测检查

8.1.1 肉眼观察

肉眼观察，试样应符合 5.1.1.2、5.1.2、5.2.2、5.2.3、5.2.4、5.2.5、5.2.6、5.2.7 和第 9 章的要求[按照 YY/T 0631 检查颜色(5.2.4)和色稳定性(5.2.5)]。

8.1.2 结果表述

报告液剂组分是否符合要求(见 5.1.1.2)。

报告固体组分是否符合要求(见 5.1.2)。

报告义齿基托试样表面是否光滑、坚硬、有光泽(见 5.2.2.1)，试样是否符合要求。

报告成型的试样是否保持其形状、无变形，试样是否符合要求(见 5.2.2.2)。

报告经过抛光的试样表面是否光滑有光泽，试片是否符合要求(见 5.2.2.3)。

报告试样边缘是否清晰，试片是否符合要求(见 5.2.3)。

报告材料是否符合标签、标志、包装和使用说明书的要求(见第 9 章)。

8.2 装盒塑性

8.2.1 材料

8.2.1.1 聚乙烯或聚酯薄膜：厚为 0.035 mm～0.050 mm，长和宽约为 50 mm×50 mm。

8.2.1.2 玻璃板：(60±5)mm×(60±5)mm×(5±1)mm。

8.2.2 器具

8.2.2.1 带孔的黄铜模具：尺寸如图 1 所示，孔径应为(0.75±0.05)mm。

8.2.2.2 配重，(50±1)N。

8.2.2.3 百分表，符合 ISO 463，或者线性量具，精度为 0.01 mm，带有探针。探针能进入黄铜模具孔内，测量材料挤入孔内的深度。

8.2.3 试验条件

除制造商另有说明外，带孔的黄铜模具(8.2.2.1)和玻璃板(8.2.1.2)应放置在 7.1 规定的条件下。

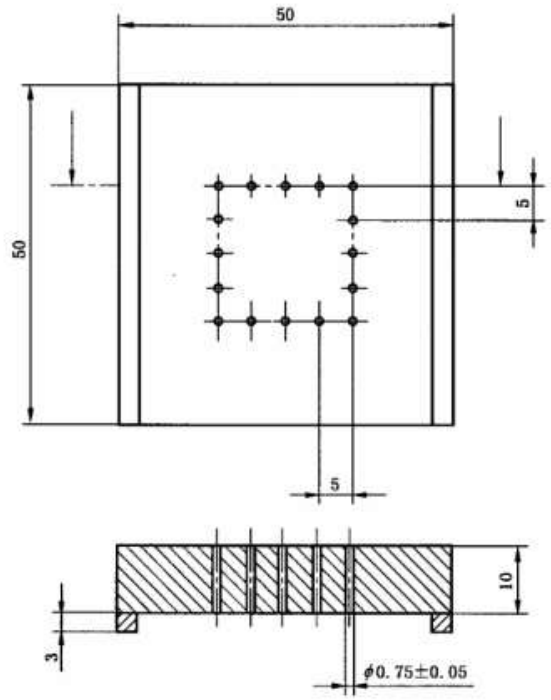
8.2.4 步骤

8.2.4.1 通用条件

材料混合后按表 3 所示时间进行测试。见 3.11 和 3.12 装盒时间定义。

龙牛网 www.longniu.com 下载

单位为毫米



注：尺寸偏差未注明时为±1 mm。

图 1　装盒塑性试验用带孔的黄铜模具

表 3　试验步骤

项目	1 型 1 类	1 型 2 类	2 型 1 类	2 型 2 类	3 型	5 型
初装盒时间	×	—	×	—	—	—
终装盒时间	×	×	—	—	—	×
注：×表示适用。						

8.2.4.2　1 型 1 类和 2 型 1 类初装盒时间

制备质量为 16 g～20 g 的材料试样。在即将到达制造商推荐的初装盒时间[见 9.3e)]前，立即取试样的一半制成约 5 mm 厚的树脂饼，放在带孔的黄铜模具上面(8.2.2.1)，并在其上面覆盖塑料薄膜(8.2.1.1)。在推荐的初装盒时间，将玻璃板(8.2.1.2)和配重(8.2.2.2)放在盖有塑料薄膜的树脂饼上。10 min±30 s 后，移去配重。树脂硬化后，从带孔的黄铜模具的另一面，用推荐的测量器具探针(8.2.2.3)深入每个孔内直至接触到挤入的树脂，测定孔中材料未挤入的深度。

根据下式计算每个孔内材料挤入的深度：

$$D_P = d - d'$$

式中：

D_P ——挤入深度，单位为毫米(mm)；

d ——黄铜模具的厚度，单位为毫米(mm)；

d' ——未挤入的深度，单位为毫米(mm)。

8.2.4.3 1型1类、1型2类和5型的终装盒时间

在即将到达制造商规定的终装盒时间[见9.3e)]前，立即将试样的另一半制成一个树脂饼，按照8.2.4.2的规定进行试验。

8.2.5 合格/不合格的判定

若第一个试样的结果不符合5.1.3的要求，再追加两个试样。若第二个和第三个试样符合要求，则材料符合要求。

8.2.6 结果表述

报告每一个试样挤入深度不低于0.5 mm的孔数，以及材料是否符合要求。

8.3 颜色

8.3.1 通则

将按照8.5.3.3制备的试条与比色板进行比较，按照8.1.1检查，应符合5.2.4的要求。

8.3.2 结果表述

按照YY/T 0631报告材料是否符合要求。

8.4 色稳定性

8.4.1 材料

8.4.1.1 聚酯薄膜：厚(50±25)μm，覆盖在不锈钢模具上(8.4.2.1)。

8.4.1.2 铝箔。

8.4.2 器具

8.4.2.1 圆形不锈钢模具和盖(适用于1型和2型1类材料)：尺寸如图2所示，模具包埋在对开的义齿型盒内的石膏中。

8.4.2.2 模具和/或设备(2型2类、3型、4型、5型和胶囊包装的材料)：制造商推荐的用以制备符合8.4.3尺寸要求的试样。

8.4.2.3 液压或手动压力机和夹具。

8.4.2.4 水浴，能够保持恒定温度。

8.4.2.5 螺旋测微计或百分表，精度为0.01 mm，应能固定在平行底座上。

8.4.2.6 恒温箱，能够保持温度在(37±1)℃。

8.4.2.7 光源照射测试室，见YY/T 0631—2008中3.1.1和3.1.3。

8.4.3 试样制备

8.4.3.1 1型和2型1类材料

分别用两次调和的材料制备2个试样。树脂调和后，将其装入模具中(8.4.2.1)，用聚酯薄膜(8.4.1.1)覆盖在树脂上，然后将模具的金属盖盖好。按照制造商说明书(见9.3)的要求制作，在制作过程中保留聚酯薄膜。

用螺旋测微计或百分表(8.4.2.5)检查每一个试样，以保证试样的直径为(50±1)mm，厚为(0.5±0.1)mm，并且上下表面平整。

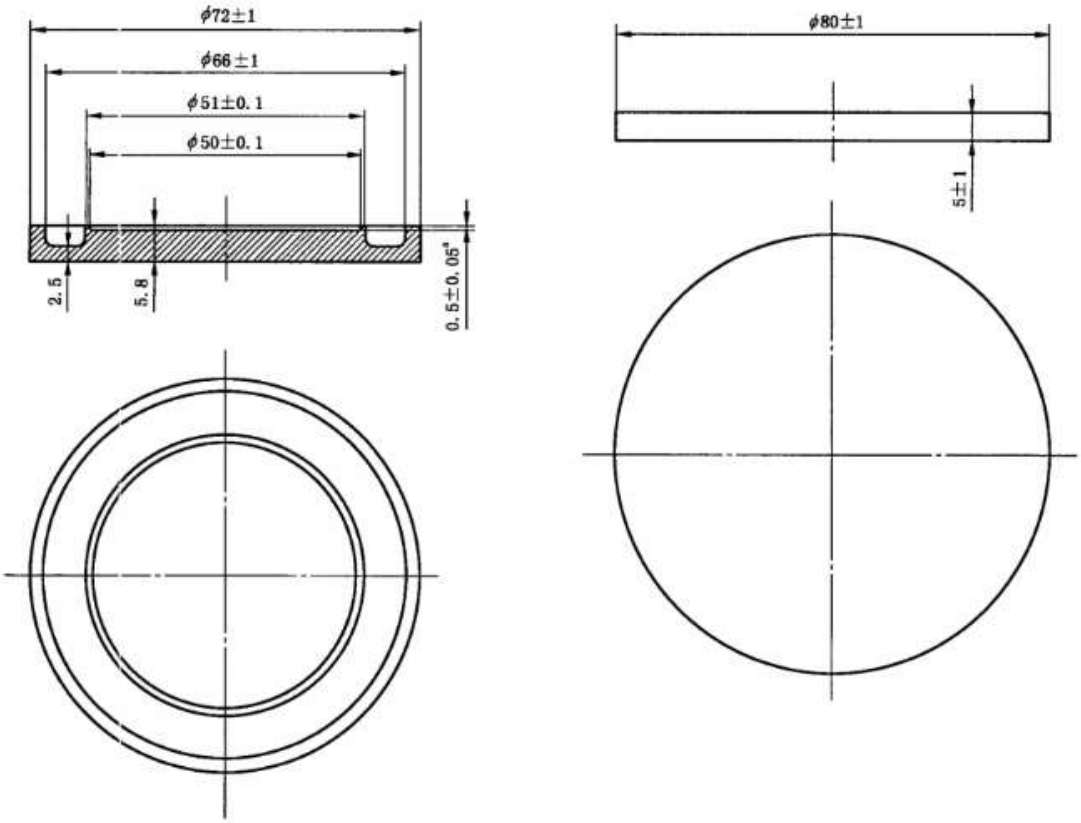
龙牛网 www.longniu.com 下载

8.4.3.2 2型2类、3型、4型、5型和胶囊包装的材料

按照制造商说明书制备试样。

用测微计或百分表(8.4.2.5)检查每一个试样，以保证试样的直径为(50±1)mm，厚为(0.5±0.1)mm，并且上下表面平整。

单位为毫米



a) 模具　　b) 盖

注：尺寸偏差未注明时为±0.2 mm。

* 成型试样的模具深度。

图2 色稳定性、吸水值及溶解值试样制备用不锈钢模具及盖(见8.4和8.9)

8.4.4 步骤

将2个试样放在(37±1)℃恒温箱(8.4.2.6)内24 h±30 min。然后将其中的一个试样贮存在黑暗试验环境中(见7.1)，待进行颜色比较试验时使用。

用铝箔(8.4.1.2)将另一个试样的一半盖住，放入光照射测试室(8.4.2.7)中。试样浸入(37±5)℃水中，按照YY/T 0631照射24 h±30 min。在照射后进行颜色比较前，去掉试样上的铝箔。

按照YY/T 0631的规定进行颜色比较。颜色比较结果应符合5.2.5的要求。

4型材料照射后，在实验室环境(见7.1)下贮存6 d±2 h后，再进行颜色比较试验。

8.4.5 结果表述

按照YY/T 0631的规定，报告材料是否符合5.2.5的要求。

8.5 抛光性能、半透明度、无孔隙、极限挠曲强度和挠曲弹性模量

8.5.1 抛光性能

8.5.1.1 材料

8.5.1.1.1 抛光膏。

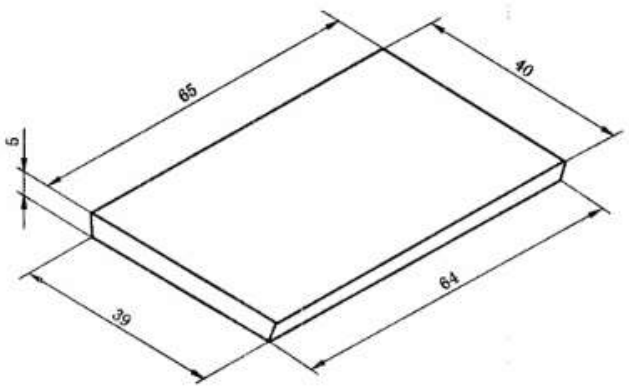
8.5.1.1.2 湿浮石粉：粒径范围约为 10 μm～20 μm。

8.5.1.2 器具

8.5.1.2.1 试样模型：由金属或聚合物制成(见图 3)。

8.5.1.2.2 义齿型盒：能容纳试样，试样四角与义齿型盒壁的距离至少为 5 mm。

单位为毫米



注：尺寸偏差为±1 mm。

图 3 试样模型

8.5.1.2.3 加工树脂的设备，包括石膏或水胶体包埋材[见 9.3f)]。

8.5.1.2.4 标准金相砂纸，粒径约为 30 μm(P500)。

注：见 GB/T 9258.1。

8.5.1.2.5 平纹细布轮：16 层～36 层，直径 70 mm～95 mm，外缘与缝合处或其他增强部位之间的距离至少为 10 mm。

8.5.1.2.6 未缝合的平纹细布轮：16 层～36 层，直径 70 mm～95 mm。

8.5.1.3 阴模制备

1 型和 2 型 1 类的聚合物，按照制造商说明书的要求将试样模型(8.5.1.2.1)包埋在义齿型盒(8.5.1.2.2)内。2 型 2 类、3 型、4 型、5 型和胶囊包装的材料，按照制造商说明书制备阴模。

8.5.1.4 步骤

按照制造商说明书的规定，使用材料(8.5.1.1)、器具(8.5.1.2)和试样模型(8.5.1.3)，分别用两次调和的材料成形加工两片试片。用浮石粉(8.5.1.1.2)和湿平纹细布轮(8.5.1.2.5)以(650±350)m/min 的线速度研磨抛光试片表面不少于 1 min。

注：轮直径是 70 mm，转速 1 500 r/min，其线速度为 329 m/min；轮直径为 100 mm，转速 3500 r/min，线速度为 1 100 m/min。

然后，用未缝合平纹细布轮(8.5.1.2.6)及抛光膏(8.5.1.1.1)抛光。

龙牛网 www.longniu.com 下载

抛光、清洁后，检查抛光的表面是否符合 5.2.2.3 的要求。

8.5.1.5 合格/不合格的判定

若两个试样均符合 5.2.2.3 的要求，则材料该项目合格。

若两个试样均不符合 5.2.2.3 的要求，则该材料该项目不合格。

若仅有一个试样符合要求，应重新制备并评价 3 个新试样。若 3 个新的试样全部符合 5.2.2.3 的要求，则材料该项目合格。

8.5.1.6 结果表述

报告所评价的试样数量、符合要求的试样数量以及材料是否符合要求。

8.5.2 半透明度

8.5.2.1 材料

8.5.2.1.1 两个试样，按照 8.5.1 进行制备和测试。

8.5.2.2 器具

8.5.2.2.1 磨砂电灯泡：40 W。

注：其他等效照度的磨砂的电光源也可以使用。

8.5.2.2.2 不透明圆片：直径(10±1)mm，厚(2±1)mm。

8.5.2.3 步骤

分别检查两个试样。抛光后试样固定在距灯泡(8.5.2.2.1)约 500 mm 处，将不透明圆片(8.5.2.2.2)置于两者正中间。在暗室中，从背对不透明圆片的一面去观察试样，确定是否符合 5.2.6 的要求。

8.5.2.4 合格/不合格的判定

若两个试样均符合 5.2.6 的要求，则材料该项目合格。

若两个试样均不符合要求，则材料该项目不合格。

若仅有一个试样符合，应重新制备并评价 3 个新试样。若 3 个新试样全部符合要求，则材料该项目合格。

8.5.2.5 结果表述

报告所评价的试样数量、符合要求的试样数量以及材料该项目是否合格。

8.5.3 无孔隙、极限挠曲强度和挠曲弹性模量

8.5.3.1 材料

8.5.3.1.1 两个试样，按照 8.5.1 和 8.5.2 进行制备和测试。

8.5.3.2 器具

8.5.3.2.1 切割机或其他用于切割试样的装置。

8.5.3.2.2 铣床或其他带气冷却或水冷却的切削装置：能保证在试样成形切削过程中温度不超过 30 ℃(带有磨头和锋利的硬质合金刀具的机器是合适的)。

8.5.3.2.3 标准金相砂纸，粒径约 30 μm(P500)，18 μm(P1 000)和 15 μm(P1 200)。

注：见 GB/T 9258.1。

8.5.3.2.4 螺旋测微计和/或百分表，精度为 0.01 mm，应能固定在平行底座上。

8.5.3.2.5 装有水的容器，水应符合 ISO 3696 三级水的要求，温度(37±1)℃，用于试验前贮存试条。

8.5.3.2.6 试验机：经校准能提供恒定加荷速度为(5±1)mm/min，并带有精度为 0.025 mm 的试样挠度测量装置。

进行校准试验机时，试验机所施加的任何载荷均应能被记录。

8.5.3.2.7 金属挠曲试验装置，由一个中心加荷杆和两个经抛光的支撑圆柱组成。加荷杆和支撑圆柱的直径为 3.2 mm，长至少为 10.5 mm。

支撑圆柱的平行度在 0.1 mm 内，与纵向中心线垂直。两支撑圆柱中心间的距离为(50±0.1)mm，加荷杆位于两支撑圆柱中间，允许偏差 0.1 mm。设计时，应有防止试样偏离的措施。

8.5.3.2.8 水浴，在试验过程中使试样保持湿润，并保持在(37±1)℃温度下。

8.5.3.3 步骤

制备 6 个试条。将每一个试样沿纵向等距切成三个试条，试条长 64 mm，宽(10.0±0.2)mm，高(3.3±0.2)mm。用切削机床(8.5.3.2.2)对试条的各边和上下表面加工，使其尺寸略大于规定的尺寸。加工时避免试条过热。用金相砂纸(8.5.3.2.3)对试条各面及各边进行湿磨，使其光滑平整，宽和高达到尺寸要求。用测微计和/或百分表(8.5.3.2.4)沿试条长轴测量三点确定试条高度，精确到 0.01 mm。沿试条长轴的三点高度测量值的偏差不超过±0.02 mm。试条应平整、高度均一。

8.5.3.4 无孔隙

8.5.3.4.1 合格与不合格的判定

按照 8.5.3.3 制备 6 个试条，按 5.2.7 检查。若 6 个试条中至少有 5 个符合 5.2.7 的要求，则材料该项目合格。

8.5.3.4.2 结果表述

报告符合的试条数量以及材料该项目是否合格。

8.5.3.5 极限挠曲强度和挠曲弹性模量

8.5.3.5.1 步骤

在挠曲试验前，将按照 8.5.3.3 制备且符合 5.2.7 要求的 5 个试条[或在重复试验中的 6 个试条(见 8.5.3.5.2.3 和 8.5.3.5.2.4)]贮存在(37±1)℃的水(8.5.3.2.5)中(50±2)h。将试条从水浴槽中取出，立即对称地放在浸入水浴(8.5.3.2.8)的挠曲试验装置(8.5.3.2.7)的支撑圆柱上，使试条温度与水浴槽的温度平衡。

用恒定的(5±1)mm/min 加荷速度，使加荷杆从零开始均匀加荷，直至试条断裂。

8.5.3.5.2 计算和结果表述

8.5.3.5.2.1 极限挠曲强度

根据下式计算极限挠曲强度 σ，单位为兆帕(MPa)：

$$\sigma=\frac{3FL}{2bh^2}$$

式中：

F ——在试条上施加的最大力，单位为牛(N)；

L ——两个支撑杆圆柱间的距离，精确至±0.01 mm，单位为毫米(mm)；

龙牛网 www.longniu.com 下载

b ——试条的宽度，浸水前测量的值，单位为毫米(mm)；

h ——试条的高度，浸水前测量的值，单位为毫米(mm)。

8.5.3.5.2.2 挠曲弹性模量

根据下式计算挠曲弹性模量 E，单位为兆帕(MPa)：

$$E=\frac{F_1L^3}{4bh^3d}$$

式中：

F_1——应力-应变曲线中直线部分中某点(最大斜率处)的力，单位为牛(N)；

注：为提高精度，可将直线延长。

d ——加荷力为 F_1 时的挠度，单位为毫米(mm)；

L、b 和 h 见 8.5.3.5.2.1。

8.5.3.5.2.3 极限挠曲强度合格/不合格的判定

若 1 型、3 型、4 型和 5 型聚合物的 5 个试条中至少有 4 个试条的结果不低于 65 MPa，2 型的不低于 60 MPa，则材料符合 5.2.8 的要求。

若 1 型、3 型、4 型和 5 型聚合物至少有 3 个试条的结果低于 65 MPa，2 型的低于 60 MPa，则认为材料该项目不合格。

若 1 型、3 型、4 型和 5 型聚合物 2 个试条的结果低于 65 MPa，2 型的低于 60 MPa，则重新制备 6 个试条重复整个试验。

在第二次试验中，若 1 型、3 型、4 型和 5 型聚合物至少 5 个试条的结果不低于 65 MPa，2 型的不低于 60 MPa，则材料符合 5.2.8 的要求。

8.5.3.5.2.4 挠曲弹性模量合格与不合格的判定

若在第一次试验中，至少有 4 个试条的结果符合 5.2.8 的要求，则按 8.5.3.5.2.2 计算 5 个试条每个试条的挠曲弹性模量。

若进行了第二次试验，则仅计算 6 个试条中 5 个试条的挠曲弹性模量。

若 1 型、3 型、4 型和 5 型聚合物至少有4 个试条的结果不低于 2 000 MPa，2 型的不低于 1 500 MPa，则材料符合 5.2.9 的要求。

若 1 型、3 型、4 型和 5 型聚合物至少有 3 个试条的结果低于 2 000 MPa，2 型的低于 1 500 MPa，则材料该项目不合格。

若 1 型、3 型、4 型和 5 型聚合物中 2 个试条的结果低于 2 000 MPa，2 型的低于 1 500 MPa，则用 6 个试条重复整个试验。第二次试验中，至少 5 个试条的极限挠曲强度和挠曲弹性模量应符合 5.2.8 和 5.2.9 的要求。

8.5.3.5.2.5 结果表述

报告所评价的试条数量、所有极限挠曲强度值和挠曲弹性模量值、符合 5.2.8 和 5.2.9 要求的试条数量以及材料该项目是否合格。

8.6 用改良弯曲试验测断裂韧性

8.6.1 通则

只有当制造商声明材料具有耐冲击性，才检测材料的断裂韧性(见 5.2.10 和 5.2.11)。

8.6.2 材料

8.6.2.1 两个试样片，按照 8.5.1 制备。

8.6.2.2 丙三醇，工业级，作为润滑剂。

8.6.3 器具

见 8.5.3.2.2、8.5.3.2.3、8.5.3.2.4、8.5.3.2.5 和 8.5.3.2.8。

8.6.3.1 电锯或其他切割装置：该装置能够分割试样。为了能够更好地切割预制缺口，需有(0.5±0.1)mm 的金刚石锯片。切割工具应调整到能切割(3.0±0.2)mm 的深度。

8.6.3.2 含固定夹具的夹持装置，在用尖锐的刀刃进行切割时，调整试样条，能够使试样条上预制缺口成一条直线。

8.6.3.3 锋利的刀片，如手术刀、剃须刀或有直刃的工艺刀。

8.6.3.4 带有测微计的光学显微镜，测量缺口的总长度(预制缺口和细尖切口的总毫米数)。

8.6.3.5 水浴，使试样储存于(23±1)℃。

8.6.3.6 干净干燥的毛巾。

8.6.3.7 弯曲试验装置，见 8.5.3.2.7，但其跨度 l_t 为(32.0±0.1)mm(见 8.6.5.1)。

8.6.3.8 试验机：经校准能提供(1.0±0.2)mm/min 的恒定位移速度，并带有精度为 0.025 mm 的试样挠度测量装置。

记录负荷/挠度曲线，用于计算曲线下的记录面积。试验机校准时，器具偏离所引起的负荷应考虑在内。

8.6.4 步骤

在固化周期开始至少 24 h，湿磨或在铣床(8.5.3.2.2)上加工试样片(8.6.2.1)，对试样片的两个表面同等加工，得到光滑平行的表面，并使试样片的厚度稍大。注意不要使试样片过热。

用切割机(8.6.3.1)将试样片横向等分切割成宽约 8 mm 的试条，以便使试条同最终试验用试条相比尺寸略大一些。用粒径为 18 μm(P1 000)和 15 μm(P1 200)的金相砂纸(8.5.3.2.3)湿磨试条的每一个面，使之光滑平坦，达到符合规定的尺寸要求，即长 39 mm，高 h_t(8.0±0.2)mm 和宽 b_t(4.0±0.2)mm。

将试条沿长度方向固定到夹持装置(8.6.3.2)上，在两边缘之间的中心线处精确地做出标记。用金刚石锯片(8.6.3.1)沿着标记加工一个深度为(3.0±0.2)mm 的预制缺口。使预制缺口位于每一个试条的中心位置。

用夹子或夹持装置(8.6.3.2)每次夹一个试条。用一滴丙三醇(8.6.2.2)湿润预制缺口。将锋利的刀刃(8.6.3.3)置于预制缺口的底部，用手或机械压着做来回滑动运动切割细尖切口。

细尖切口的深度在 100 μm～400 μm 的范围内即可。用光学显微镜(8.6.3.4)检查缺口的深度。

建议在预试验样条上试验切割步骤，不要试图增加细尖切口的深度。细尖切口的位置设置见图 4a)。用螺旋测微计(8.5.3.2.4)测量试样条的宽 b_t、高 h_t，见图 4b)。

将 10 个符合切口要求的试条置于盛有水的容器(8.5.3.2.5)中，在(37±1)℃条件下放置 7 d±2 h。试验前试条再在另一个盛有水的容器(8.6.3.5)中在(23±1)℃条件下储存(60±15)min。

经过上述条件后，从水里取出一个试条，用干净的毛巾(8.6.3.6)擦干水分。将试条放在弯曲试验装置(8.6.3.7)支撑架上。试条的细尖切口正好背对载荷冲头[见图 4b)]。确认细尖切口在支撑架的正中央。

试验机(8.6.3.8)的载荷压头以(1.0±0.2)mm/min 的恒定位移，从零开始逐渐加力，直到经过最大压力，缺口几乎到达试条的对面。当载荷减少到最大负荷的 5%或低于(1.0±0.2)N，可认为试验

龙牛网 www.longniu.com 下载

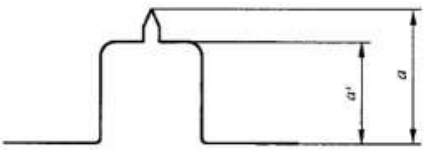
结束。

记录整个负荷/挠度曲线，用于计算。对全部 10 个试条进行上述试验。

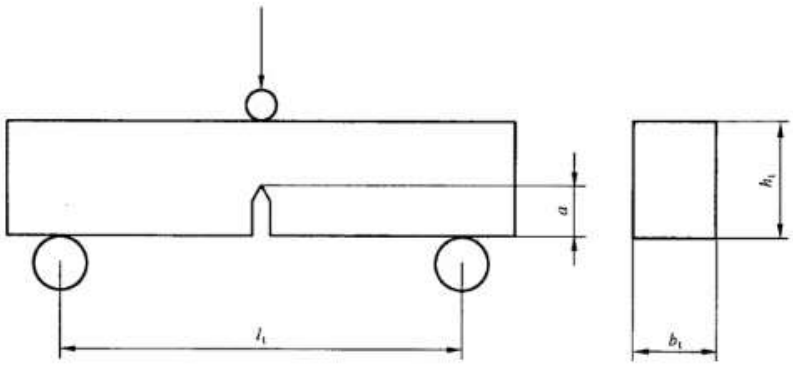
试验完成后，用光学显微镜(8.6.3.4)测量紧邻断裂面的预制缺口包括细尖切口的深度，图 4 中的 a。

注：在冲击韧性试验前，可以用墨水浸入试样细尖切口并等其干燥，有助于确认完整切口区域。

测量试样表面和断裂区之间的距离，取三次测量值的平均值作为缺口总长度 a。三次测量应分别沿断裂面宽度线的四分之一处和二分之一处进行(见图 5)。

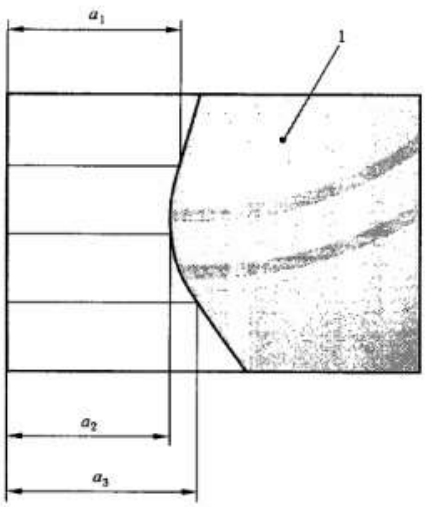


a) 切口分布



b) 具有细尖切口的试条，细尖切口正好背对着施加负荷的压头

图 4 断裂韧性试验



说明：

1——断裂面。

图 5 紧邻断裂面的缺口总长度的测量

8.6.5 计算和结果表述

8.6.5.1 尺寸

高 h_t=(8.0±0.2)mm

宽 b_t=(4.0±0.2)mm

预制缺口 a'=(3.0±0.2)mm

缺口长度 a(比 a' 长 0.1 mm～0.4 mm)

跨距 l=(32.0±0.1)mm

8.6.5.2 计算最大应力强度因子

应用下式计算最大应力强度因子 K_{max}:

$$K_{max}=\frac{fP_{max}l_t}{(b_t h_t^{3/2})}\times\sqrt{10^{-3}}\quad \text{MPa m}^{1/2}$$

式中:

f —— x 的几何函数;

$f(x)=3x^{1/2}[1.99-x(1-x)(2.15-3.93x+2.7x^2)]/[2(1+2x)(1-x)^{3/2}]$;

其中:

$$x=a/h_t$$

P_{max}——在试样上施加的最大负荷,单位为牛(N);

a、h_t、b_t、和 l_t 在 8.6.5.1 中列出,单位为毫米(mm)。

8.6.5.3 总断裂功计算

注:在负荷/挠度曲线下的面积代表断裂整个试样所需的能量。将此能量除以断裂面积的两倍,就可以得到以焦耳每平方米表达的表面能。

应用下式计算总断裂功 W_t。总断裂功是通过计算负荷/挠度曲线下的记录面积得到。

$$W_t=\frac{U}{[2b_t(h_t-a)]}\times 1\,000\quad \text{J/m}^2$$

式中:

U——通过下式给出的负荷/挠度曲线下的记录面积:

$U=\int F\mathrm{d}\Delta$,单位为牛毫米(N·mm);

其中:

Δ —— 测量的载荷 P 下挠度;

h_t、b_t、和 a 在 8.6.5.1 中列出,单位为毫米(mm)。

8.6.5.4 最大应力强度因子的合格/不合格判定

如果 10 个试样中至少有 8 个试样的结果不低于 1.9 MPa $m^{1/2}$,则材料符合 5.2.10 的要求。

如果至少有 6 个试样的结果低于 1.9 MPa $m^{1/2}$,则材料该项目不合格。

如果有 3 个、4 个或 5 个试样的结果低于 1.9 MPa $m^{1/2}$,则应重复整个试验,但要制备 12 个试样。

在第二次试验中,如果 12 个试样中至少有 10 个试样的结果不低于 1.9 MPa $m^{1/2}$,则材料符合 5.2.10 的要求。

8.6.5.5 总断裂功的合格/不合格判定

如果 10 个试样至少有 8 个试样的结果不低于 900 J/m^2,则材料符合 5.2.11 的要求。

龙牛网 www.longniu.com 下载

如果至少有 6 个试样的结果低于 900 J/m²，则材料该项目不合格。

如果有 3 个、4 个或 5 个试样的结果低于 900 J/m²，则应重复整个试验，但要制备 12 个试样。

在第二次试验中，如果 12 个试样中至少有 10 个试样的结果不低于 900 J/m²，则材料符合 5.2.11 的要求。

8.6.5.6 结果表述

报告评价试样的数目，最大应力强度因子 K_{max} 和总断裂功 W_f 的全部数据和符合 5.2.10 和 5.2.11 要求的试样数目，以及材料是否符合要求。

8.7 与合成聚合物牙的粘接

8.7.1 材料

8.7.1.1 符合 ISO 22112 规定的合成聚合物上前牙。

8.7.1.2 齿科基托蜡

8.7.2 器具

8.7.2.1 金属模框：如 ISO 22112:2005 图 3a)所示。模框上有一条宽 5 mm、深 1.5 mm 的槽，用于安放合成聚合物牙。

8.7.2.2 通用的牙科技工室器具、义齿型盒和加工器具：包括石膏或水胶体包埋材[见 9.3f)]。

8.7.2.3 拉伸试验机：带有如 ISO 22112:2005 图 3c)所示的专用夹具。

8.7.3 步骤

将一套 6 只上前牙(8.7.1.1)盖嵴部磨光，用蜡(8.7.1.2)将这些牙固定在如 ISO 22112:2005 图 3a)所示的金属模框上，使试样牙切缘舌侧的一半突出于金属模框。

将固定好的试验牙装入义齿型盒(8.7.2.2)内的石膏中[见 ISO 22112:2005 中图 3b)]。去掉金属模框并用含有清洁剂的沸水冲蜡，直至蜡被冲净，然后再用沸水冲洗几次。按照制造商说明书(见 9.3)，在义齿基托聚合物达到合适塑性(面团期)后，将其填入失蜡的槽中，并按说明书加工制成基托—牙组件。将基托—牙组件在拉伸试验机(8.7.2.3)上进行试验。加荷力作用在试验牙的舌侧切缘，力的方向指向唇侧，且与基托表面平行[如 ISO 22112:2005 图 3c)所示]进行牵拉。此加荷装置应能保证试样无侧向偏转或位置改变。

如 ISO 22112:2005 图 3c)所示，对每一个基托-牙组件以 0.5 mm/min～10 mm/min 的速度进行试验，直至组件断裂。

8.7.4 合格/不合格判定

若断裂未清晰地出现在试验牙的表面上，则粘接合格。即在义齿基托聚合物上仍粘接有残余断牙和/或断开的试验牙上留有粘接紧密的义齿基托聚合物或断裂部位的试验牙与义齿基托聚合物仍紧密结合。

注：只是纯粘接界面断裂则不符合要求。只有牙齿、义齿基托聚合物或粘接剂的内聚断裂才能认为是满意的粘接。

若至少有 5 只上前牙试验合格，则义齿基托聚合物符合 5.2.12 要求。

若仅 3 只上前牙试验合格，则义齿基托聚合物该项目不合格。

若仅 4 只上前牙试验合格，则应重新用一套 6 只上前牙与义齿基托聚合物粘接，进行第二次试验。若第二次试验时，至少有 5 只上前牙合格，则义齿基托聚合物符合该项目要求。

8.7.5 结果表述

报告粘接合格的试验牙数量。

8.8 残余甲基丙烯酸甲酯单体

8.8.1 原理

用溶剂萃取聚合的义齿基托材料中的甲基丙烯酸甲酯单体(MMA),进行色谱分析。

可以采用气相色谱法(GC)、高效液相色谱法(HPLC)(见附录 A)或能得到与本标准方法同样结果的其他色谱方法。结果的验证,可通过本标准中所叙述的色谱方法来进行。

8.8.2 试样制备

8.8.2.1 器具

8.8.2.1.1 环形不锈钢模具(1 型和 2 型材料),直径为 50 mm,深(3.0±0.1)mm 并附有平盖。

图 2 为类似的模具(稍浅)。模具被石膏包埋在对开的义齿型盒中。

8.8.2.1.2 模具和/或设备(2 型 2 类、3 型、4 型、5 型和胶囊包装的材料),由制造商推荐,制成尺寸符合 8.8.2.1.1 规定的试样。

8.8.2.1.3 标准金相砂纸,粒径约为 30 μm(P500)和 15 μm(P1200)。见 8.5.1.2.4 注。

8.8.2.1.4 螺旋测微仪或百分表,在平台上固定,精度 0.01 mm。

8.8.2.2 步骤

按照 3.4.3 用三次分别混合的样品制备三个试片,模具尺寸应符合 8.8.2.1.1 规定。研磨前,将试片在黑暗的试验环境中(见 7.1)贮存(24±5)h。用金相砂纸(8.8.2.1.3)对试片两面进行等量旋转湿磨至厚度达到(2.0±0.1)mm。再用粒径约为 15μm 的金相砂纸对试样周边研磨,直至整个周边光滑。研磨时避免摩擦热引起单体损失和解聚。不用放大镜,肉眼观察试片,如果仅有极少的孔隙,即得到三个试片。

注:若试片贮存于冰箱,其单体含量可以稳定保持数天。若试片贮存在低温冰箱(低于 −18 ℃),其单体含量可以稳定保持数月。

萃取单体之前,将研磨过的试片在黑暗的试验环境中贮存(24±1)h。

8.8.3 单体的萃取

8.8.3.1 试剂

8.8.3.1.1 氢醌(HQ)。

8.8.3.1.2 丙酮,分析纯或 HPLC 级。

8.8.3.1.3 甲醇(CH_3OH),分析纯或 HPLC 级。

8.8.3.1.4 内标(I.S.)正戊醇,分析纯,或其他合适的内标(例如 1-丁醇),其色谱峰不能干扰样品溶液的任何峰值。

8.8.3.2 器具

实验室常规设备以及下列器具。

8.8.3.2.1 玻璃容量瓶,容量为 5 mL、10 mL 及 1 L。

8.8.3.2.2 分析天平,精度为 0.1 mg 或更高。

8.8.3.2.3 磁力搅拌器,带有聚四氟乙烯涂层的搅拌子。

8.8.3.2.4 移液管，容量为 100 μL 和 2 mL。

8.8.3.2.5 玻璃吸管。

8.8.3.2.6 可封闭的玻璃离心管。

8.8.3.2.7 离心机，可在 3 000×g_n m/s² 下离心。

8.8.3.2.8 可封闭的玻璃管。

8.8.3.3 溶液制备

8.8.3.3.1 丙酮溶液(A)

称取约 0.02 g 氢醌(8.8.3.1.1)于 1 L 的刻度玻璃容量瓶(8.8.3.2.1)中，加入丙酮(8.8.3.1.2)使其总体积为 1 L。

8.8.3.3.2 甲醇溶液(B)

称取约 0.02 g 氢醌(8.8.3.1.1)于 1 L 玻璃容量瓶中(8.8.3.2.1)，加入甲醇(8.8.3.1.3)使其总体积为 1 L。

8.8.3.3.3 甲醇/丙酮溶液(C)

将 1 份体积 A 液(8.8.3.3.1)和 4 份体积 B 液(8.8.3.3.2)混合。

8.8.3.3.4 内标(I.S.)溶液

为了得到内标峰，即内标浓度处于校正曲线中部的色谱峰，需称取约 350 mg 内标(8.8.3.1.4)置于 10 mL 玻璃容量瓶(8.8.3.2.1)中，加入甲醇溶液(B)(8.8.3.3.2)至总体积为 10 mL 刻度。10 mL 体积的量足以保证内标溶液做追加分析用。在最终溶液中内标含量约为拟经丙酮溶液(A)(8.8.3.3.1)和甲醇溶液(B)(8.8.3.2.2)处理的试片(例如 650 mg)质量的 3%(质量分数)。

8.8.3.3.5 样品溶液

每个试片分析 3 个样品溶液，即一共分析 9 个样品溶液。

将每个试片(8.8.2)破碎，使碎片能通过 10 mL 玻璃容量瓶(8.8.3.2.1)的颈部。每个 10 mL 刻度容量瓶(8.8.3.2.1)中放入约 650 mg 碎片。每个单独样品溶液的样品量分别用分析天平(8.8.3.2.2)依次称重并记录。

每个可封闭的玻璃容量瓶中加入丙酮溶液(A)(8.8.3.3.1)使总体积为 10 mL。放入清洁的用 PTFE 包覆的磁力搅拌子(8.8.3.2.3)。确保瓶口密封，室温下搅拌样品溶液(72±2)h。

注：如果该溶液的黏度太大影响精确移液，可用更高比例的溶剂稀释。

为了使溶解的聚合物沉淀，另取移液管(8.8.3.2.4)分别吸取 2 mL 前面制备的各样品溶液到另外的各个 10 mL 玻璃容量瓶中。

每个玻璃容量瓶中加入 100 μL 内标溶液(8.8.3.3.4)。加入甲醇溶液(B)(8.8.3.3.2)至样品溶液总体积达到 10 mL。

另取玻璃吸管(8.8.3.2.5)从每个 10 mL 玻璃容量瓶中分别吸取约 5 mL 含聚合物和单体的浆液到每个可封闭的玻璃离心管中(8.8.3.2.6)。

在离心机(8.8.3.2.6)中离心浆液，以 3 000×g_n m/s²离心 15 min。

另取玻璃吸管从每个离心过的溶液中分别移取约 3 mL 液体到每个可封闭的玻璃管(8.8.3.2.8)中。

取部分离心剩余的溶液置于一个试管中，加入一定量的甲醇，可确定溶液中是否有残留聚合物。当光线垂直穿过含有溶液的试管时，溶液应澄清，此试验应在暗室中进行。

如果溶液不澄清，加入更多的甲醇溶液(B)并重复上述操作。记录使聚合物达到完全沉淀所用的甲醇溶液(B)的体积。

当溶液澄清后，采用气相色谱法(GC)、高压液相色谱法(HPLC)(见附录 A)或其他相当的色谱方法(见 8.8.1)测定残余单体含量。

8.8.4 气相色谱法

8.8.4.1 试剂

8.8.4.1.1 甲基丙烯酸甲酯(MMA)：气相色谱纯，纯度大于 99%。

8.8.4.2 器具

8.8.4.2.1 气相色谱仪：带有分析液体样品的分流/非分流进样口(推荐的分流比为 1∶10)、离子火焰检测器(或等效的检测器)和记录系统。

8.8.4.2.2 微量注射器：容量 0.1 μL～5 μL。

8.8.4.3 气相色谱用校准溶液的制备

至少制备 5 个校准溶液，其 MMA(8.8.4.1.1)的浓度为试片量的 0.1%(质量分数)～6%(质量分数)。称取约 6 mg、60 mg、150 mg、300 mg 和 400 mg 的 MMA，分别放置于 5 mL 玻璃容量瓶(8.8.3.2.1)中以制备 MMA 校准溶液。加溶液 C(8.8.3.3.3)至总体积为 5 mL。分别移取每一校准溶液 100 μL 至各个另外的 10 mL 玻璃容量瓶(8.8.3.2.1)中，再加入 100 μL 内标溶液(8.8.3.3.4)；加溶液 C(8.8.3.3.3)直至总体积达到 10 mL。

记录每个校准溶液中 MMA 的质量，计算其最终浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)。

如果样品溶液中 MMA 含量(见 8.8.3.3.5)不在 MMA 校准溶液曲线(见 8.8.5.1.1)的极限浓度范围内，应增加校准点。

8.8.4.4 气相色谱装置、气体和操作条件

a) 色谱柱：推荐使用长 30 m，内径 0.25 mm 烧结二氧化硅的毛细管；固定相：聚硅氧烷衍生物(例如，带有甲基或苯基的聚硅氧烷)或聚乙二醇；
b) 色谱柱老化条件：在升温条件下通气 6 h～10 h；
c) 推荐柱温：75 ℃恒温；
d) 进样器温度：200 ℃；
e) 检测器温度：200 ℃；
f) 载气：气相色谱用氦气，流速约 1.3 mL/min；
g) 燃烧气体：气相色谱用氢气和空气。

8.8.4.5 样品及校准溶液的气相色谱分析

根据所使用的气相色谱仪的灵敏度，注入适量的样品溶液(按 8.8.3.3.5 制备)或校准溶液(按 8.8.4.3 制备)。注入量对计算结果影响不大，但相应的样品溶液与校准溶液的体积应相同。操作气相色谱仪直至所有成分都完全洗脱为止。

为了准确测得样品溶液中的 MMA 含量，并保证所有组分都能得到很好分离，需采用合适的柱温条件。

8.8.4.6 气相色谱峰的评价

确定 MMA 和内标的保留时间，至少确定它们的相互关系。确切的保持时间值随色谱柱的老化和

其他气相色谱参数的变化而变化。

MMA 及内标的峰面积或峰高由记录仪和积分仪测定。

8.8.5 结果的计算及表达

8.8.5.1 用校准曲线计算结果

8.8.5.1.1 校准曲线的绘制

通过峰面积(或峰高)比率绘制校准曲线图：

$$\eta' = \frac{A'_{MMA}}{A'_{I.S.}}$$

式中：

η' ——校准溶液峰面积(或峰高)比率；

A'_{MMA}——校准溶液中甲基丙烯酸甲酯单体的峰面积(或峰高)；

$A'_{I.S.}$ ——在校准溶液中内标(8.8.3.1.4)的峰面积(或峰高)。

8.8.5.1.2 测量精度

根据线性回归建立的校准曲线的相关系数应不小于 0.990。

8.8.5.1.3 甲基丙烯酸甲酯百分含量的测定

用相对比值测定 MMA 含量：

$$\eta = \frac{A_{MMA}}{A_{I.S.}}$$

式中：

η ——样品溶液峰面积(或峰高)比率；

A_{MMA} ——样品溶液中甲基丙烯酸甲酯的峰面积(或峰高)；

$A_{I.S.}$ ——样品溶液中内标(8.8.3.1.4)的峰面积(或峰高)。

采用校准曲线确定每毫升被分析样品溶液中的 MMA 浓度 c_{MMA}。

样品溶液中 MMA 的总量 m_{MMA}(单位 μg)按下式计算：

$$m_{MMA} = \left[c_{MMA} \times \frac{10}{2} \times 10 \right]$$

注 1：$\frac{10}{2}$为使溶解的聚合物沉淀，将甲醇溶液(B)加入到 2 mL 样品溶液中及含 100 μL 内标溶液的密闭玻璃容量瓶中，使总体积达到 10 mL。如果采用 2∶10 稀释比，聚合物未能完全沉淀，该稀释比应相应改变。

注 2：10 为原始样品溶液体积为 10 mL。

$$\text{残余单体(质量分数)} = \frac{m_{MMA}}{m_{SAMPLE}} \times 100\%$$

式中：

m_{SAMPLE}——样品质量，单位为微克(μg)。

8.8.5.2 合格/不合格判定

若至少有 7 个样品溶液的结果符合 5.2.13 的要求，则材料该项目合格。

若有 4 个或少于 4 个样品液体的结果符合 5.2.13 的要求，则材料该项目不合格。

若仅有 5 个或 6 个结果符合，则需制备新的试片及溶液重新试验。若第二次试验中至少有 8 个样品溶液符合 5.2.13 的要求，则材料该项目合格。

8.8.5.3 结果表述

报告所评价的样品溶液数量、残余单体量的全部结果以及材料该项目是否合格。

8.9 吸水值和溶解值

8.9.1 材料

8.9.1.1 硅胶，在(130±5)℃下新鲜干燥(300±10)min。

8.9.1.2 水，符合 ISO 3696 的 2 级水。

8.9.2 器具

8.9.2.1 支架，保持试样平行放置并能被分开。

8.9.2.2 两个保干器。

8.9.2.3 恒温箱，能保持(37±1℃)。

8.9.2.4 镊子，有聚合物涂层。

8.9.2.5 毛巾，清洁干燥。

8.9.2.6 螺旋测微计，精度为 0.01 mm。

8.9.2.7 数显卡尺或游标卡尺，精度为 0.01 mm。

8.9.3 试样制备

按照 8.4.3 制备 5 个试样。

8.9.4 步骤

8.9.4.1 试样的恒定

将试样放在装有重新干燥过的硅胶(8.9.1.1)的一个保干器(8.9.2.2)内的支架(8.9.2.1)上。再将保干器放在(37±1)℃的恒温箱(8.9.2.3)中，贮存(23±1)h。然后，将保干器从恒温箱中取出。

将试样连同支架一起移入另一个装有新鲜干燥过的硅胶的保干器中。保干器应保存在(23±2)℃的环境中。试样在该保干器中贮存(60±10)min 后，进行称重。

用分析天平(8.8.3.2.2)对试样称重，精确到 0.2 mg。除在尽可能短的时间内从保干器内取放试样外，保干器应一直密封。所有试样称重后，试样连同支架置入刚更换了新干燥的硅胶的第一个保干器中，并将保干器放在恒温箱内。

重复上述步骤，直至试样质量恒定，记录为 m_1；也称为“恒定质量”。所谓“恒定质量”是指试样在连续两次称重时，每个试样的质量损失不大于 0.2 mg。通过测量每个试样的三次直径的平均值和五次厚度的平均值，计算每个试样的体积。五次厚度的测量方法是：一次在圆心，四次在圆周的等分位置上。

8.9.4.2 试样的浸水

将恒定的试样在(37±1)℃的水中(8.9.1.2)贮存 7 d±2 h。然后，用带有聚合物涂层的镊子(8.9.2.4)将试样从水中取出，用清洁干燥的毛巾(8.9.2.5)擦干肉眼可见的水迹，然后在空气中晃动(15±1)s，在从水中取出(60±10)s 时，称重(精确到 0.2 mg)。记录为 m_2。

8.9.4.3 试样再恒定

试样称重后，再按照 8.9.4.1 所述将试样放在保干器中直至质量再次恒定，记录为 m_3，称为“再恒定质量”。

再恒定条件应等同于第一次干燥过程(见 8.9.4.1),并且保干器中的试样数量及重新干燥过的硅胶的量也应相同。

8.9.5 计算和结果表述

8.9.5.1 吸水值

根据下式,计算每个试样的吸水值 w_{sp},单位为微克每立方毫米($\mu g/mm^3$):

$$w_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

式中:

m_2——试样浸水后的质量(见 8.9.4.2),单位为微克(μg);

m_3——试样再恒定质量(见 8.9.4.3),单位为微克(μg);

V ——试样体积(见 8.9.4.1),单位为立方毫米(mm^3)。

对计算的吸水值修约,精确到 1 $\mu g/mm^3$。

8.9.5.2 溶解值

根据下式计算每个试样在浸水过程中沥滤出的单位体积的可溶物质(溶解值)w_{sl},单位为微克每立方毫米($\mu g/mm^3$):

$$w_{sl} = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

式中:

m_1——试样的恒定质量(8.9.4.1),单位为微克(μg);

m_3 和 V 同 8.9.5.1。

对计算的溶解值修约,精确至 0.1 $\mu g/mm^3$。

8.9.5.3 吸水值的合格/不合格判定

若至少有 4 个试样的吸水值符合 5.2.14 要求,则材料该项目合格。

若至少有 3 个试样的吸水值不符合 5.2.14 要求,则材料该项目不合格。

若仅有 3 个试样吸水值符合 5.2.14 要求,则必须重新制备 6 个试样再次试验。若在第二次试验中,至少有 5 个试样符合 5.2.14 要求,则材料该项目合格。

8.9.5.4 溶解值的合格/不合格判定

若至少有 4 个试样的溶解值符合 5.2.15 要求,则材料该项目合格。

若至少有 3 个试样的溶解值不符合 5.2.15 要求,则材料该项目不合格。

若仅有 3 个试样溶解值符合 5.2.15 要求,则必须重新制备 6 个试样再次试验。若在第二次试验中,至少有 5 个试样符合 5.2.15 要求,则材料该项目合格。

8.9.5.5 结果表述

报告所评价的试样数量、所有吸水值和溶解值、符合 5.2.14 和 5.2.15 的试样数量以及材料该项目是否合格。

9 制造商提供的标签、标志、包装及说明书的要求

9.1 包装

材料应封装在密封的容器内,且不允许容器与材料之间发生相互污染。包装容器应具有在正常搬

运或贮存期间不损坏、不破裂的性能。液体应装入暗色瓶子或不透光的容器内。在零售产品中，外包装内可装有一个或多个内包装产品。

9.2 外包装和容器的标志

9.2.1 外包装

每一个外包装应清晰地标明下列信息：

a) 材料的产品名称和/或商品名或商标名；
b) 制造商和/或销售国的代理商名称和地址；
c) 以清晰的语言描述材料的型号、类别和颜色及用途；
d) “有效期(年和月)”条款按 ISO 8601 的要求表达。
e) 推荐的贮存条件；
f) 被包装物的说明，包括每件物品数量、质量和/或体积；
g) 若适用，液体应标有关于易燃性或闪点的警示；
h) 应有毒性、危害或刺激性的警示说明；
i) 指明材料中药用活性成分的说明，并在制造商应提供的产品信息和说明书中注明；
j) 生产日期或批号。

9.2.2 内包装

所有的内包装应清晰地标明下列信息：

a) 材料的产品名称和/或商品名或商标名；
b) 制造商和/或销售国的代理商名称和地址；
c) 以清晰的语言描述材料的型号、类别、颜色及用途；
d) “有效期(年和月)”条款按 ISO 8601 的要求表达；
e) 推荐的贮存条件；
f) 被包装物的说明，包括数量、质量和/或体积；
g) 若适用，液体应标有关于易燃性或闪点的警示；
h) 应有毒性、危害或刺激性的警示说明；
i) 指明材料中药用活性成分的说明，并在制造商应提供的产品信息和说明书中注明；
j) 生产日期或批号。

9.2.3 粉剂、块状及膏状材料的包装容器

在每个粉剂包装容器上应清楚地标出颜色。

9.2.4 液剂包装容器

在每个液剂包装容器上应清楚地标出液体的闪点。

9.3 产品使用说明书

在每一零售包装中，应附有安全有效地使用材料所需的说明书。按照制造商使用说明书中描述的所有加工方法应能使义齿基托聚合物满足本标准的要求。(若适用)说明书至少应提供如下信息：

a) 推荐的未加工材料的贮存条件；
b) 有关皮肤不要长时间接触未聚合的胶体或液体，以及避免吸入单体的警示；
c) 若适用，粉/液比(每单位体积质量或质量分数)；

d) 若适用，材料装盒的时间、温度和步骤；

e) 若适用，有效的装盒时间：初装盒时间和终装盒时间；

f) 制备模型的设备和材料（例如：义齿型盒的类型、石膏或水胶体铸造包埋体系）；

g) 推荐的分离剂；

h) 装盒时义齿型盒的温度；

i) 材料引发和完成聚合的详细步骤；

j) 材料加工后的后处理（从义齿型盒取出后的冷却或贮存）；

k) 为达到与合成树脂牙的粘接所需的特殊处理；

l) 按 8.8 测试的最大残余单体含量（质量分数）；

m) 若制造商声明残余单体含量低于 1%（质量分数），则应说明必要的固化过程；

n) 材料的主要成分及其含量。

注：在 8.4.3.2 和 8.5.1.3 中提及的 2 型 2 类、3 型、4 型、5 型及胶囊包装材料，可能需要设备和加工的特殊说明。

附 录 A
（规范性附录）
高压液相色谱法测 MMA 含量

注：对 GC(气相色谱法)适用的一些条款同样适用 HPLC(高压液相色谱法)，见 8.8。

A.1 试样制备

见 8.8.2。

A.2 单体的提取

A.2.1 试剂

试剂见 8.7.3.1，以及下列试剂。

A.2.1.1 四氢呋喃(THF)，分析纯或色谱纯。

A.2.1.2 水，符合 ISO 3696 的 2 级水。

A.2.2 设备

设备见 8.8.3.2 的描述。

A.2.3 溶液配制

见 8.8.3.3。

注：四氢呋喃可以用丙酮代替。不需要内标(I.S)溶液(8.8.3.3.4)。因此不需要在样品溶液(见 8.8.3.3.5)及校准溶液(见 8.8.4.3)中加入内标溶液(I.S)。

A.2.4 高压液相色谱(HPLC)

A.2.4.1 试剂

见 8.8.4.1。

A.2.4.2 设备

A.2.4.2.1 高压液相色谱仪，具有紫外光谱检测器(或等效检测器)，能在 205 nm 波长检测并带有记录系统。

A.2.4.2.2 进样回路，体积为 20 μL。

A.2.4.3 校准溶液的配制

见 8.8.4.3，不需要内标以及 THF 被丙酮所代替除外。

A.2.4.4 高压液相色谱设备及其操作条件

a) 柱：十八烷基硅烷化，5 μm 孔径，长 250 mm，内径 4 mm～5 mm；

b) 流动相：66%甲醇：34%水，无梯度洗脱；

c) 流速：0.8 mL/min；

d) 检测:紫外波长 205 nm;

e) 温度:恒定室温。

注:如果能够达到满意的分离效果,操作条件可以改变。如果分离满意可以选用不同的流动相,例如选用乙腈/水(CH_3CN/H_2O)流动相。

A.2.4.5 样品及校准溶液的高压液相色谱分析

205 nm 波长适用于样品溶液中含较低浓度的 MMA。校准曲线应呈线性。如果样品溶液浓度太高,样品和校准溶液需要定量稀释或改变波长,例如可用 225 nm。

为了保证注入的样品溶液及校准溶液体积恒定,需要安装定量进样回路(如 20 μL)。

为了准确测出样品溶液中的 MMA 含量,需要选择合适的流动相,使所有成分都能很好地被分离。

操作高压液相色谱仪(A2.4.2.1)直到使所有组份都完全洗脱下来。

A.2.4.6 从 HPLC 色谱图评价色谱峰

确定 MMA 的保留时间。此保留时间在样品溶液和标准溶液分析过程中应当稳定。保留时间取决于色谱柱和流动相的组成。

通过电子记录仪和积分仪确定 MMA 的峰面积或峰高。

A.2.5 结果的计算和表述

A.2.5.1 从校准曲线计算结果

A.2.5.1.1 绘制校准曲线

将校准溶液的甲基丙烯酸甲酯单体的峰面积(或峰高)与 MMA 浓度(μg/mL)作图,绘制校准曲线。

A.2.5.1.2 测量的精确性

通过线性回归得到的校准曲线的相关系数应不小于 0.990。

A.2.5.1.3 甲基丙烯酸甲酯含量的测定

用校准曲线确定样品溶液中 MMA 的含量(c_{MMA}),单位为微克每毫升(μg/mL)。

计算样品溶液中的总 MMA 质量 m_{MMA}(μg),见 8.8.5.1.3。

A.2.5.2 合格/不合格判定

见 8.8.5.2。

A.2.5.3 结果表述

见 8.8.5.3。

参 考 文 献

[1] ISO 6344-1:1998 涂附磨具用磨料 粒度分析 第1部分:粒度组成
[2] ISO 6873:1998 牙科用石膏产品
[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单元:风险管理过程中的评价与试验
[5] ASTM D5045:1999 塑料材料平面应变断裂韧性和应变能量释放率的标准试验方法

中华人民共和国医药
行业标准
牙科学 基托聚合物
第1部分:义齿基托聚合物
YY 0270.1—2011/ISO 20795-1:2008
*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 2.25 字数 60 千字
2013年2月第一版 2013年2月第一次印刷
*
书号:155066·2-24276 定价 40.00 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)68510107

YY 0270.1-2011

打印日期:2013年3月18日 F009A

YY 0270.1—2011/ISO 20795-1:2008