



1399

中华人民共和国医药行业标准

YY 0271.1—2016
代替 YY 0271.1—2009

牙科学 水基水门汀 第 1 部分：粉/液酸碱水门汀

Dentistry—Water-based cements—
Part 1: Powder/liquid acid-base cements

(ISO 9917-1:2007:MOD)

2016-07-29 发布

2018-06-01 实施



国家食品药品监督管理总局 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	1
5 材料	2
6 试样制备	2
7 取样	3
8 要求	3
9 包装、标识以及由生产厂提供的信息	4
附录 A (资料性附录) 牙科水门汀的化学组成及其应用	6
附录 B (规范性附录) 净固化时间的测试	7
附录 C (规范性附录) 薄膜厚度的测试(仅适用粘固水门汀)	8
附录 D (规范性附录) 抗压强度的测试	10
附录 E (规范性附录) 酸蚀的测试	12
附录 F (资料性附录) 光学性能的测试(光学性能)(仅适用修复用聚链烯酸盐玻璃水门汀)	15
附录 G (规范性附录) 光学性能的测试(颜色)(仅适用修复用聚链烯酸盐玻璃水门汀)	16
附录 H (规范性附录) 酸溶砷含量及铅含量的测试	17
附录 I (规范性附录) X 射线阻射性的测试	18
参考文献	20

前 言

本标准的全部技术内容为强制性。

YY 0271《牙科学 水基水门汀》由两部分组成：

- 第1部分：粉/液酸碱水门汀；
- 第2部分：树脂改性水门汀。

本部分为 YY 0271 的第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 0271.1—2009《牙科水基水门汀 第1部分：粉/液酸碱水门汀》。

本部分与 YY 0271.1—2009 的主要技术变化如下：

- 增加了 X 射线阻射性的试验和要求；
- 规定了手动调和水门汀和胶囊水门汀生产厂说明书要求的区别；
- 增加了不透光性的试验和要求；
- 增加了颜色的试验和要求；
- 砷含量试验方法的依据，由“按中华人民共和国药典（2005 年版）中的方法”改为“按照 ISO 2590 的方法（仲裁法）或按中华人民共和国药典（2010 年版）中的方法测试砷含量”；
- 实验室分析用水，由“去离子水或蒸馏水”改为 ISO 9917-1:2007 规定的 ISO 3696:1987，3 级水；
- 增加了参考文献。

本部分修改采用 ISO 9917-1:2007《牙科学 水基水门汀 第1部分：粉/液酸碱水门汀》。

本部分与 ISO 9917-1:2007 的主要不同之处：

- 删除了 ISO 9917-1:2007 中的 8.5 a) 及其内容；
- 附录 F 拆分为附录 F 和附录 G，附录 F 变为资料性附录，附录的序号依序顺延；
- 砷含量的试验方法增加了“按中华人民共和国药典（2010 年版）中的方法”的内容。

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）；
- 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总局提出。

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：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、上海二医张江生物材料有限公司、武汉大学口腔医学院口腔药物材料厂。

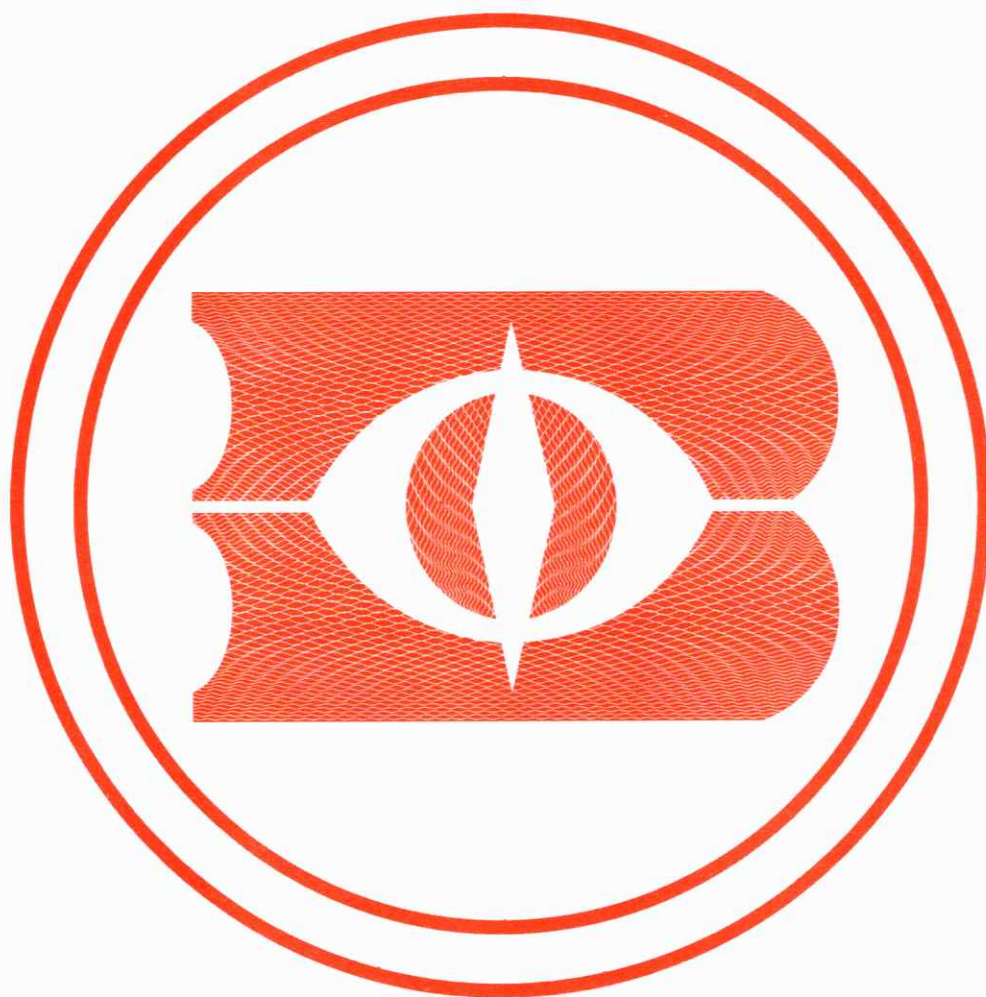
本部分主要起草人：张殿云、郑刚、江岚、张国晴、夏俊、袁慎坡

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- YY 0271—1995、YY 0271.1—2009。

引 言

本部分不包含对生物学危害评价的定性和定量要求,在评价可能的生物学或毒理学危害时,建议参照使用 ISO 7405 和 ISO 10993-1。



牙科学 水基水门汀

第 1 部分:粉/液酸碱水门汀

1 范围

YY 0271 的本部分规定了用作永久性粘固、垫底/衬层和修复的牙科粉/液酸碱水门汀的技术要求和试验方法。YY 0271 的本部分同时适用手工调和的水基水门汀或机械调和的胶囊水基水门汀。

本部分按其是否预期用作粘固剂、垫底或衬层或修复材料的不同对每一个性能规定了限值。本部分不适用于树脂改性的水基水门汀。

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。

ISO 2590 砷含量测定的通用方法 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法(General method for the determination of arsenic—Silver diethyldithiocarbamate photometric method)

ISO 3665:1996 摄影 口腔内牙科射线照相胶片 技术规范(Photography—Intra-oral dental radiographic film—Specification)

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 7491 牙科材料 色稳定性的测定(Dental materials—Determination of colour stability)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

调和时间 mixing time

各组分达到充分混合所需的那部分工作时间。

3.2

工作时间 working time

从调和(若需要)开始计时的一段时间,在此期间能够操作水门汀,且对其性能不产生不良影响。

3.3

净固化时间 net setting time

自调和时间结束至材料达到符合附录 A 规定的参数和条件的固化状态所需要的时间。

注:基于 YY 0271 的本部分的目的,考虑到不同水门汀的调和时间差异较大,净固化时间是从调和时间结束后开始计时。

4 分类

4.1 化学分类

牙科水门汀的化学组成及其应用详见附录 A。基于本部分的目的,牙科水门汀依据化学组成进行

如下分类:

- a) 磷酸锌水门汀,见 A.1;
- b) 聚羧酸锌水门汀,见 A.2;
- c) 聚链烯酸盐玻璃水门汀(玻璃离子水门汀),见 A.3。

除了以上所列的酸碱反应固化的水基水门汀,其他水门汀也可属于本部分的范围。如果生产厂家希望声称其产品符合相同的性能,则应按 4.1 和 4.2 对材料进行分类,其性能应符合相应的性能要求。

4.2 应用分类

基于本部分的目的,按水基水门汀的应用分类如下:

- a) 粘固;
- b) 垫底或衬层;
- c) 修复。

5 材料

5.1 一般原则

水门汀应由粉末和液体组成,按照生产厂的使用说明书进行调和,应符合本条款和条款 8 要求。

5.2 组成

5.2.1 液剂

对于非胶囊装水门汀,目测检查液体。液体在其容器内应无沉淀物或丝状物。应无可见的胶凝现象。

5.2.2 粉剂

对于非胶囊装水门汀,目测检查粉末。粉末应无外来杂质。若粉末着色,色素在粉末中应分散均匀。

5.3 未固化水门汀

按第 6 章规定调和水门汀,之后目测检查,应均匀且光滑一致。

6 试样制备

6.1 环境条件

试样应在温度 $(23\pm1)^{\circ}\text{C}$ 及相对湿度 $(50\pm10)\%$ 的环境中制备。

6.2 调和方法

水门汀应该按照生产厂使用说明书中制备。应取足量的水门汀调和,以确保每个试样是用一次调和的材料制备而成,而且每个试样应该用新调和的材料制备。

注:胶囊型材料,某些试样可能需要同时调和不止一个胶囊。

7 取样

7.1 手工调和的水门汀

样品应取自同一批号的足量材料,以完成所有规定的试验和必要的重复试验。

注:完成试验大约需要 50 g 粉末。

7.2 胶囊装水门汀

样品应取自含有同一批号的足量胶囊的一个零售包装,以完成所有规定的所有试验和必要的重复试验。

8 要求

8.1 净固化时间

按照附录 B 测试,水门汀的净固化时间应符合表 1 规定的相应要求。

8.2 薄膜厚度(仅适用粘固水门汀)

按照附录 C 测试,水门汀的薄膜厚度应符合表 1 规定的相应要求。

8.3 抗压强度

按照附录 D 测试,水门汀的抗压强度应符合表 1 规定的相应要求。

8.4 酸蚀

按照附录 E 测试,水门汀的酸蚀应符合表 1 规定的相应要求。

8.5 光学性能(仅适用修复用聚链烯酸盐水门汀)

按照附录 F 准备试样、按照附录 G 储存试样和进行测试,水门汀应符合以下规定:

固化水门汀的颜色应与生产厂比色板相一致,若生产厂未提供比色板,则生产厂应指定一个商用比色板,用其评价水门汀是否符合本要求。

8.6 酸溶砷及铅含量

8.6.1 酸溶砷含量

按照附录 H 测试,水门汀的酸溶砷含量不应超过表 1 中规定的相应限值。

8.6.2 酸溶铅含量

按照附录 H 测试,水门汀的酸溶铅含量不应超过表 1 中规定的相应限值。

8.7 X 射线阻射性(若声称)

若生产厂描述其产品具有 X 射线阻射性[见 9.2g)],按照附录 I 测试,则其 X 射线阻射性应至少等于同等厚度的铅楔的 X 射线阻射性。如果生产厂声称其产品具有较高 X 射线阻射性,则按照附录 I 测试,所测值应不低于其声称值。

9 包装、标识以及由生产厂提供的信息

9.1 包装

材料应该盛装在容器或胶囊中(基于本部分的目的,该包装容器或胶囊应视为材料的直接包装物),包装能提供足够的保护作用,且对其内容物的质量没有不良影响。

多个容器或者胶囊可以使用一个外包装,使其成为一个单独包装件。

注:补充信息可由生产厂自行决定,或者按照其他适用的法律法规的要求。

9.2 标识

每个外包装应清晰标注下列细节:

- a) 水门汀生产厂和/或商标的名称,商品名称、分类和应用;
- b) 按照生产厂指定的比色板,标明粉剂的色泽;
- c) 粉剂的最小净重(克)或相匹配的液剂的最小净体积(毫升);
- d) 生产的批次号;
- e) 在最外包装上注明推荐的储存条件和在此储存条件下的“失效日期”;
- f) 在最外包装上注明水门汀是否可遮色;
- g) 在最外包装上注明水门汀是否具有 X 射线阻射性;
- h) 胶囊装水门汀的外包装容器上应注明容器内的胶囊数量以及每只胶囊的净质量。

9.3 生产厂使用说明书

9.3.1 一般原则

每一个包装中均应附有产品使用说明书,并且应包括以下内容:

- a) 产品的商品名称;
- b) 生产厂名称及联系方式;
- c) 比色板,或未提供比色板时,适用该材料的市售比色板的详细信息。

另外,若适用,至少给出 9.3.2 或 9.3.3 的信息。对于 4.1 分类中未提到的材料,生产厂应根据其性能要求指出材料应按哪类材料(见 4.1 和 4.2)进行测试。

9.3.2 手工调和和水门汀

手工调和的水门汀,生产厂应提供以下信息:

- a) 操作的温度范围;
- b) 在推荐的温度范围内所推荐的以质量比表示的粉:液的比例,并指出操作者如何实现该比例 [出于试验的目的,应包括在 $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ 温度和 $(50 \pm 10)\%$ 相对湿度条件下的以质量比表示的粉/液比精确到 0.01 g];
- c) 调和板与调和刀的种类及其条件;
- d) 粉剂加入到液剂中的速度;
- e) 调和时间(见 3.1);
- f) 工作时间(见 3.2);
- g) 净固化时间(见 3.3);
- h) 若适用,推荐在水门汀和牙本质之间放置一层衬层的说明;
- i) 若适用,可以开始抛光的最短时间和推荐的抛光方法;

j) 若适用,指出水门汀表面必须涂覆保护层的说明,以及所用涂层材料的建议。

9.3.3 胶囊装水门汀

胶囊装水门汀,应提供以下信息:

- a) 使胶囊中的粉、液物理接触的方法;
- b) 机械调和器的类型和所用的调和时间;
- c) 净固化时间(见 3.3);
- d) 工作时间(见 3.2);
- e) 若适用,推荐在水门汀和牙本质之间放置一层衬层的说明;
- f) 若适用,可以开始抛光的最短时间和推荐的抛光方法;
- g) 一只胶囊中能够输送出的调和后水门汀的最小体积(mL);
- h) 若适用,指出水门汀表面必须涂覆保护层的说明,以及所用涂层材料的建议。

表 1 牙科水门汀的要求

化学 分类	应用	薄膜厚度 μm 最大	净固化时间 min		抗压强度 MPa 最小	酸蚀 mm 最大	光学性能 $C_{0.70}$		酸溶砷含量 mg/kg 最大	酸溶铅含量 mg/kg 最大
			最小	最大			最小	最大		
磷酸锌	粘固	25	2.5	8	50	0.30	—	—	2	100
聚羧酸锌	粘固	25	2.5	8	50	0.40	—	—	2	100
聚链烯酸盐 玻璃	粘固	25	1.5	8	50	0.17	—	—	—	100
磷酸锌	垫底/ 衬层	—	2	6	50	0.30	—	—	2	100
聚羧酸锌	垫底/ 衬层	—	2	6	50	0.40	—	—	2	100
聚链烯酸盐 玻璃	垫底/ 衬层	—	1.5	6	50	0.17	—	—	—	100
聚链烯酸盐 玻璃	修复	—	1.5	6	100	0.17	—	—	—	100

附 录 A

(资料性附录)

牙科水门汀的化学组成及其应用

A.1 磷酸锌水门汀

磷酸锌水门汀是由氧化物粉末(主要组成是氧化锌)与可能含有金属离子的磷酸水溶液发生反应生成。磷酸锌水门汀可用于将牙科修复体等粘结到口腔硬组织上或用于其他用途。也可作为修复材料的垫底材料及暂时修复材料。

A.2 聚羧酸锌水门汀

聚羧酸锌水门汀是由氧化锌与聚丙烯酸水溶液或类似聚羧酸化合物水溶液发生反应生成,或者由氧化锌/聚羧酸粉末与水调和反应而成。聚羧酸锌水门汀可用于将牙科修复体等粘结到口腔硬组织上或用于其他用途。也可作为修复材料的垫底的材料及暂时修复材料。

A.3 聚链烯酸盐玻璃水门汀

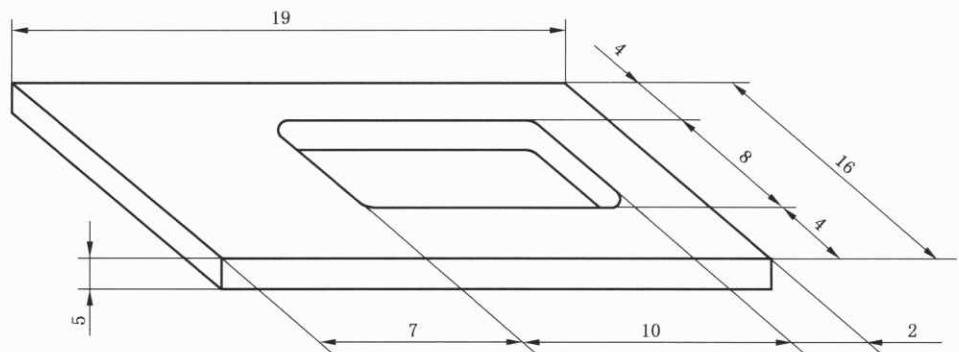
聚链烯酸盐玻璃(玻璃离子)水门汀是由铝硅酸盐玻璃粉末与聚链烯酸水溶液发生反应生成,或者由铝硅酸盐玻璃/聚链烯酸粉的混合物与水或与酒石酸水溶液反应而成。聚链烯酸盐玻璃水门汀用于牙齿的美学修复,或用作其他修复体的垫底或衬层材料。也可用于将牙科修复体等粘接到口腔硬组织上或粘接到其他器件上。这一类水门汀还包括用于修复牙齿的、将玻璃粉末与金属熔融(金属陶瓷)或混合而成的聚链烯酸盐玻璃水门汀。

附录 B
(规范性附录)
净固化时间的测试

B.1 器具

- B.1.1 恒温箱,能保持 $(37\pm1)^{\circ}\text{C}$ 恒温和不低于 90% 的相对湿度。
- B.1.2 压头,质量 $(400\pm5)\text{g}$,针状,带有直径为 $(1.0\pm0.1)\text{mm}$ 平端面,端面为平面且与针的长轴垂直。
- B.1.3 金属模具,如图 B.1 所示。
- B.1.4 金属块,最小尺寸为 $8\text{ mm}\times 75\text{ mm}\times 100\text{ mm}$,把金属块放置在恒温箱中,保持 $(37\pm1)^{\circ}\text{C}$ 。
- B.1.5 铝箔。
- B.1.6 计时器,精确到 1 s。

单位为毫米
允许误差: $\pm 0.15\text{ mm}$



注: 内角可以是圆的或方的。

图 B.1 测试净固化时间准备试样的模具

B.2 试验步骤

将调定到 $(23\pm1)^{\circ}\text{C}$ 的模具(B.1.3)置于铝箔片上(B.1.5),将调和好的水门汀填入使成一平面。

待调和结束后 60 s 时,将由模具、铝箔片和水门汀试样组成的组合件置于放置在恒温箱(B.1.1)中的金属块(B.1.4)上。应确保模具和铝箔,铝箔和金属块之间的充分贴合。

待调和结束后 90 s 时,小心地将压头(B.1.2)垂直向下移至水门汀的表面。并停留 5 s,进行一次预试验,估计净固化时间。以 30 s 间隔反复进行压痕试验,用 2 倍放大镜观察,直到压头不能在水门汀表面形成完整的环形压痕为止。如有必要,在压痕试验过程中洁清压头。重复该过程,在以此测得的大概的固化时间前 30 s 开始以 10 s 间隔进行压痕试验。

记录自调和结束开始直到压头在不能水门汀表面形成完整的环形压痕时为止所需的时间,记为净固化时间。再重复该试验两次。

B.3 结果评价

记录三次试验的结果。每次结果均在表 1 规定的范围内,则材料符合 8.1 的要求。

附录 C
(规范性附录)

薄膜厚度的测试(仅适用粘固水门汀)

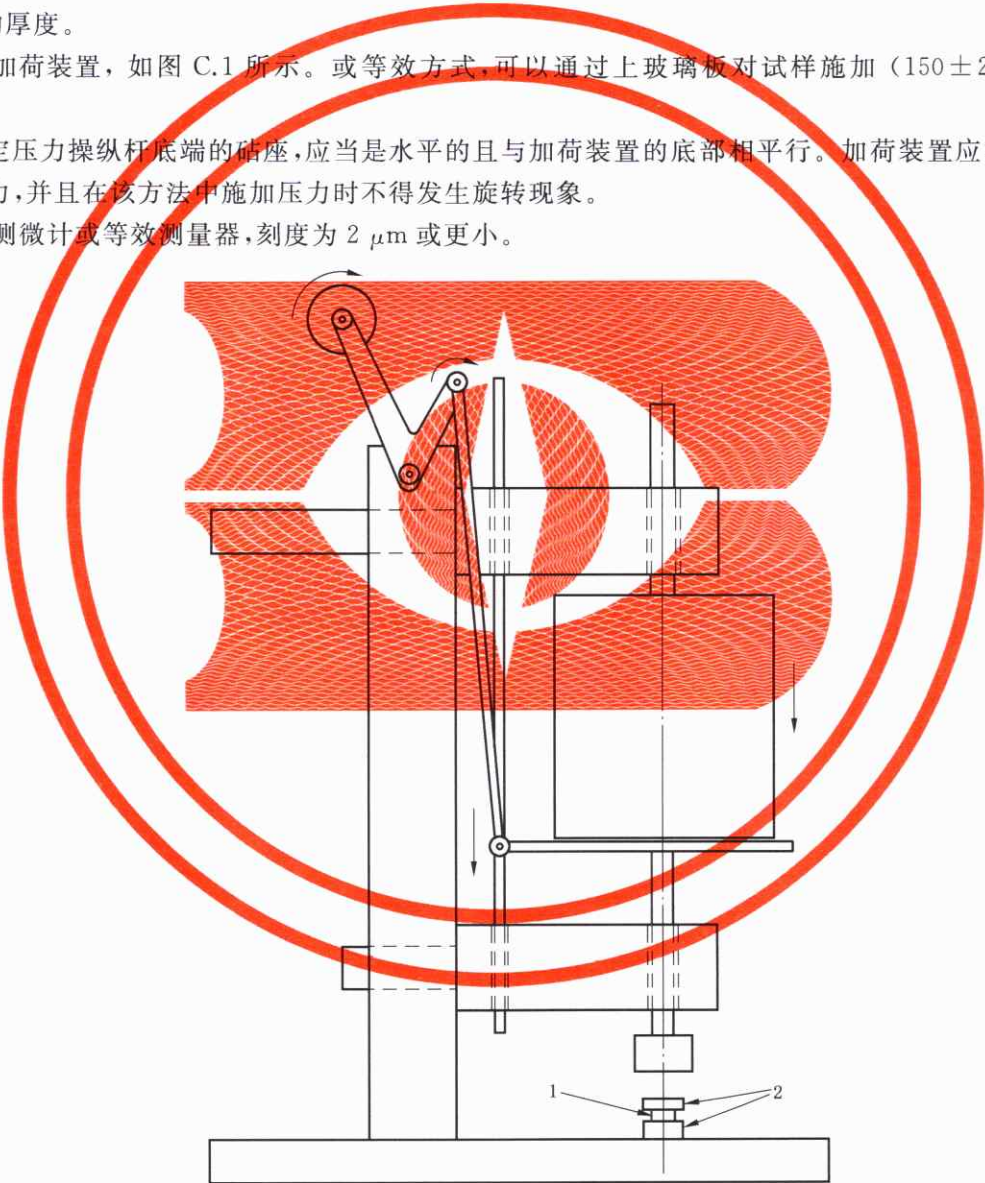
C.1 器具

C.1.1 两块光学透明平玻璃,方形或圆形接触面积 $(200 \pm 25) \text{ mm}^2$,厚度均匀,每片玻璃板应具有至少 5 mm 的厚度。

C.1.2 加荷装置,如图 C.1 所示。或等效方式,可以通过上玻璃板对试样施加 $(150 \pm 2) \text{ N}$ 的垂直压力。

固定压力操纵杆底端的砧座,应当是水平的且与加荷装置的底部相平行。加荷装置应能够平稳地施加压力,并且在该方法中施加压力时不得发生旋转现象。

C.1.3 测微计或等效测量器,刻度为 $2 \text{ } \mu\text{m}$ 或更小。



说明:
1——试样;
2——玻璃块。

图 C.1 薄膜厚度测试用加荷装置

C.2 试验步骤

将两块透明玻璃平板(C.1.1)重叠接触在一起,测量其厚度,精确到 $1\text{ }\mu\text{m}$,记为读数 A。移开上面的玻璃,将 $(0.10\pm 0.05)\text{mL}$ 水门汀置于下一块玻璃板的正中位置,并将其放置在加荷装置(C.1.2)的基座面板上,并处于加荷装置的中央正下方位置。再将上面的玻璃板按照原来测量时的方向放置在水门汀的正中位置。

在生产厂声称的工作时间结束前 10 s,小心地通过上部的玻璃板垂直正中向受试水门汀试样施加 $(150\pm 2)\text{N}$ 压力,确保水门汀完全充满两块玻璃板之间。施加压力保持至少 10 min,除去负荷,测量合在一起的两片玻璃板及水门汀薄膜的厚度,记为读数 B。

计算有、无水门汀薄膜时的两块玻璃板总厚度之差(读数 B-读数 A),并将此记为水门汀薄膜的厚度。重复进行上述试验四次。

C.3 试验结果的处理

5 个试验数据中至少有 4 个数据不大于 $25\text{ }\mu\text{m}$ 的,则认为材料符合 8.2 和表 1 的规定。

若其中仅有 2 个或少于 2 个的数据不大于 $25\text{ }\mu\text{m}$ 的话,则认为材料不符合标准规定。

若有 3 个数据不大于 $25\text{ }\mu\text{m}$ 的话,则再增加试验另 5 个试样。只有另 5 个材料的薄膜厚度均不大于 $25\text{ }\mu\text{m}$,符合 8.2 和表 1 的规定。

附 录 D
(规范性附录)
抗压强度的测试

D.1 器具

D.1.1 恒温箱,能保持 $(37\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 恒温 and 至少 30% 以上相对湿度。

D.1.2 对开模具及垫板,如图 D.1 所示。对开模具内部尺寸,高 $(6.0\pm 0.1)\text{mm}$,内径 $(4.0\pm 0.1)\text{mm}$ 。对开模具及垫板应由不锈钢或由不受水门汀影响的其他材料制成。当测试聚酸基水门汀时,在垫板上覆盖一层乙酸纤维素膜防止水门汀的粘着。

D.1.3 螺旋夹,如图 D.1 所示。

D.1.4 测微计或等效测量器具,精度为 $2\text{ }\mu\text{m}$ 或更小。

单位为毫米

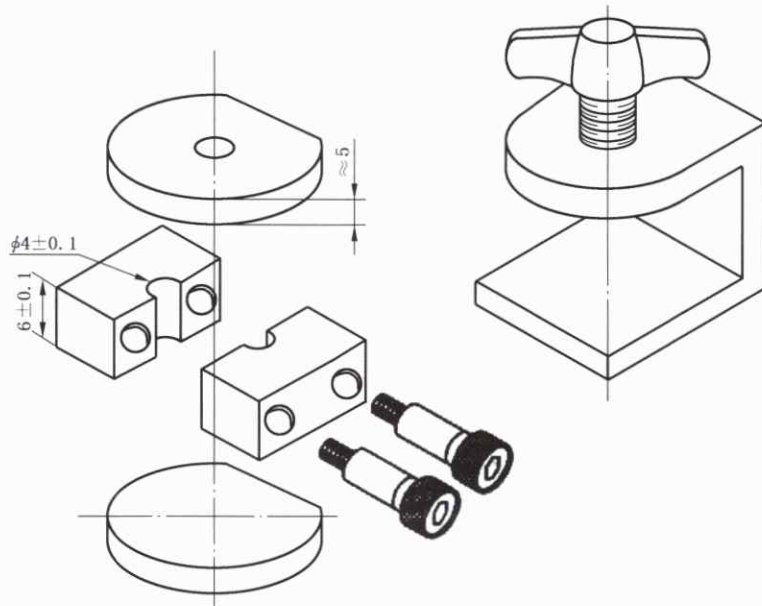


图 D.1 测试抗压强度用的试样模具及螺旋夹

D.1.5 机械性能试验机。可提供 $(0.75\pm 0.30)\text{mm/min}$ 的十字头速度或 $(50\pm 16)\text{N/min}$ 的加载速率。

D.2 试样的制备

将对开模(D.1.2)与螺旋夹(D.1.3)的温度调到 $(23\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 。在调和结束后 60 s 之内,把按生产厂使用说明书制备的水门汀填入对开模具,稍超充。

为压实水门汀并避免掺入空气,用合适的器具将尽量多的混合好的水门汀从模具的一端填入对开模具内。用这种方式充填模具,并稍超充,将模具放在底板上并施加压力。

除去大块溢出的水门汀,将上盖板挤压在模具上。将模具和盖板一起放入螺旋夹,拧紧。调和结束 120 s 以内,将该组装放入恒温箱(D.1.1)中。

调和结束后 1 h 时,从对开模具上取下金属板,以与试样长轴垂直的角度磨平试样的两端。可接受

的方法是用 400[#] 湿碳化硅纸砂,但是无论如何研磨料不能太粗。

表面研磨后立即打开对开模具,取出试样,不用放大镜,目视检查是否有气泡或边缘缺口。剔除有这类缺陷的试样。

注:为便于从对开模具中取出硬固的水门汀试样,可在注入水门汀混合料之前,将对开模具的内表面均匀涂上一层 3% 微晶蜡溶液或石蜡石油醚溶液。在使用模具前让过多的醚挥发,也可以涂上薄薄一层硅润滑脂或聚四氟乙烯干膜润滑剂。

制备 5 个试样,每制成 1 个试样,便立即将之浸没在符合 ISO 3696:1987 的 3 级水中,置于(37±1)℃ 温度条件,保持(23±0.5)h。

用测微计(见 D.1.4)测量每个试样的直径,以互成直角的方式测量两次,取平均值,精确到 0.01 mm。

D.3 试验步骤

水门汀调和结束后 24 h,将端面平整的试样置于机械性能试验机(D.1.5)的压板之间,并沿试样的长轴线对试样施加压力。在试验机上、下压板与试样接触的部位贴上湿的过滤纸(如 whatman No.1)。每次试验使用新的湿过滤纸。

记录试样碎裂时所施加的最大压力,并用下列公式计算抗压强度 C (MPa):

$$C = \frac{4p}{\pi d^2}$$

式中:

p ——所施加的最大压力,单位为牛(N);

d ——测得的试样直径,单位为毫米(mm)。

D.4 试验结果的评价

5 个结果中至少有 4 个结果大于 8.3 和表 1 规定的最小抗压强度,则认为材料通过试验。

5 个结果中若有 3 个或 3 个以上结果低于表 1 中规定的最小抗压强度,则认为材料不通过试验。

若只有 3 个试样满足表 1 中规定的最低强度,再另准备 5 个试样进行测试。总共的 10 个结果中至少有 8 个结果大于表 1 中规定的最小抗压强度,才认为材料通过试验。

附 录 E
(规范性附录)
酸蚀的测试

E.1 器具

E.1.1 恒温箱,能保持 $(37\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 恒温及至少 90%相对湿度。

E.1.2 试样固定器,由聚甲基丙烯酸酯(PMMA)浇注(cast)成的边长 30 mm $\times$ 30 mm $\times$ 5 mm 的方形或 30 mm(直径) $\times$ 5 mm(厚)的圆形板,板中心有一直径为 (5.0 ± 0.5) mm、深度为 (2.0 ± 0.5) mm 的小圆孔。

注:试样固定器的尺寸大小及形态可以稍有变动(例如,方块板的四个角可为圆角),如果这样做有利于将之放入贮存容器的话。

E.1.3 PMMA 板。

注:PMMA 板的尺寸大小并不太重要,只要同试样固定器的大小相仿即可。

E.1.4 隔离片,如聚酯条,用于试样固定器,待水门汀固化后有利于将 PMMA 板取下。

E.1.5 单独的螺旋夹、夹钳或等效装置,在水门汀固化过程中将试样固定器(E.1.2)、PMMA 板(E.1.3)、聚酯隔离片(E.1.4)固定在一起。

E.1.6 天平,精确到 0.1 mg。

E.1.7 体积测量装置,如移液管,适用于取 30 mL 液体或精度为 0.1 mL 的其他装置。

E.1.8 容器,能够盛装 30 mL 试验溶液,试样固定器水平地浸没,酸蚀液面距试样上表面 (10 ± 3) mm。容器应备有容器盖或旋盖,以防其中的液体蒸发或受污染。

E.1.9 恒温箱,能保持 $(37\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 恒温。

注:此处可以使用恒温箱(E.1.1),但无需 90%相对湿度。

E.1.10 砂纸,1 200 目湿砂纸或干砂纸。

E.1.11 刻度盘式量规或千分表,装有受载弹簧和球形针头。刻度单位为 0.01 mm 或更小(能测定 0.005 mm)。弹簧力范围应为 50 g $\sim$ 100 g,其球形针头直径为 (3.5 ± 0.5) mm。

注:可以使用固定负载的等效器具。负载条件符合规定的电子读数/显示量具也是适用的。

E.2 酸蚀液的制备

称取纯的无水的乳酸(通用试剂级或纯的或分析纯及以上级)8.27 g 和 0.92 g 乳酸钠(通用试剂级或纯的或分析纯及以上级),使用酸蚀液前(允许生成内酯水解物)至少 18 h 用水(ISO 3696:1987,3 级水)稀释成 1 L 水溶液。使用之前检查此溶液的 pH 是否为 (2.74 ± 0.02) ,如有必要的话,用 1 mol/L 乳酸钠溶液或 1 mol/L 乳酸溶液调整 pH。每批试样试验用酸蚀液应现用现配。

注:此溶液系 0.1 mol/L 乳酸/乳酸钠缓冲溶液,其 pH 为 2.74。

E.3 试样的制备

调定试样固定器(E.1.2)、聚甲基丙烯酸酯板(E.1.3)及聚酯隔离片(E.1.4)和夹子(E.1.5)的温度达到 $(23\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 。在 $(23\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 温度下,按照生产厂使用说明书中的规定的比例调和材料。对于手工调和 水门汀,用天平(E.1.6)按照生产厂使用说明书指定的粉/液配比称量粉末和液体。将配料置于生产厂

规定的调和板/垫上,按照生产厂推荐的手法调和。胶囊装水门汀,使用生产厂推荐的调和器和调和时间调和材料。在调和完成后 60 s 之内,按照生产厂说明书操作指南将材料手动注入试样固定器中的孔内。

为避免混入气体,用最大部分的材料填入试样固定器中的孔内一边,再用剩余材料填入试样固定器中的孔内,同样要避免空气的混入。按照这种方式,将试样固定器中的孔内的材料将稍超充。

用聚酯隔离片覆盖,用聚甲基丙烯酸酯板盖住水门汀,紧紧压在一起,并用螺旋夹夹紧。

材料调和完成后 180 s,将上述组合件转移到能保持 $(37\pm1)^{\circ}\text{C}$ 恒温及至少 90% 相对湿度的恒温箱(E.1.1)内。

24 h 后,从夹子上移开聚甲基丙烯酸酯板及聚酯隔离片,在水不断冲洗条件下用砂纸(E.1.10)磨试样固定器孔中的试样表面,直到其表面磨平。

制备 5 个试样,观察所有试样,剔除有明显裂纹或者空气泡的试样。

E.4 水门汀中心部位初始深度 D_0 的测量和计算

试样固定器的边缘作为固定的参照面,测量各受试试样中心部位的初始深度。

注 1: 确定水门汀的高度和使试样固定器试样孔的高度与水门汀的高度大约一致的步骤是必须的。

如果水门汀初始高度未在试样固定器高度 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以内的话,则进一步研磨加工直到水门汀高度在固位器的平均高度 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以内时为止。

注 2: 刻度盘式量规的刻度是 $10\text{ }\mu\text{m}$ 时,可估计为其计量单位的一半为 $5\text{ }\mu\text{m}$ 。

使用刻度盘式量规(E.1.11),测量并记录试样固位器上近材料中心部位四个点的深度作为基准值。试样固位器上的四点距试样 $0.5\text{ mm}\sim 1.0\text{ mm}$,且相隔 90° 分布。

计算试样固位器上测得的四个点的深度的平均值,取平均值减去试样中心部位测得的深度,计算得到 D_0 。

E.5 浸渍

将各试样连同试样固位器水平浸没在各自装有 30 mL 酸蚀液的容器内(E.1.8),并将试样固位器面朝上,以便使试样水门汀表面完全浸没在酸蚀液中,酸蚀液表面超过试样表面 $(10\pm 3)\text{ mm}$ 。

将容器密封好,并将之贮存在 $(37\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 恒温箱(E.1.9)中保持 24 h。

浸渍 24 h 后,取出、并用水(ISO 3696:1987,3 级水)清洗试样及其固位器。

E.6 测量和计算酸蚀后水门汀中心部位深度 D_t

测量每一个试样中心部位的深度,如之前所述(见 E.4)用试样固位器的台肩作为固定参照面,得到酸蚀后水门汀中心部位深度 D_t 。

E.7 试验结果的表述

应用下列公式计算各水门汀试样中心部位的酸蚀深度 $D(\text{mm})$:

$$D = D_t - D_0$$

式中:

D_0 ——酸蚀前试样中心部位的深度,单位为毫米(mm);

D_t ——酸蚀后试样中心部位的深度,单位为毫米(mm)。

注：如试样初始高度大于试样固位器高度的话，则 D_0 为负数。在这种情况下， D 通过 D_i 与 D_0 的绝对值相加得到。

计算所有 5 个试样各自的 D 数值。

E.8 试验结果的处理

将上述各计算值 D 与表 1 中所列示的标准值对照比较。

4 个或 4 个以上 D 数值不大于标准值，试验通过。

若 3 个或 3 个以上 D 数值大于表 1 中所列示的相应标准值，试验不通过。

若 5 个 D 数值中仅有 3 个试验数据不大于表 1 所注的相应标准值，则另制备 5 个试样进行重复试验。所有 5 个 D 数值均应不大于标准值，试验通过。

附录 F

(资料性附录)

光学性能的测试(光学性能)

(仅适用修复用聚链烯酸盐玻璃水门汀)

F.1 器具

F.1.1 恒温箱,能保持 $(37\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 恒温 and 至少 30%以上相对湿度。

F.1.2 聚乙烯或乙酸纤维素材料的防水白板,尺寸约为 $110\text{ mm}\times 40\text{ mm}$ 。沿其整个长度布满 2 mm 宽黑色线条,且每条相隔 3 mm。

F.1.3 模具,如图 F.1 所示。由裂环、盖板及成型器组成。裂环为黄铜质或不锈钢,厚度为 $(1.00\pm 0.03)\text{ mm}$,内径为 $(10.0\pm 0.3)\text{ mm}$ 。

F.1.4 单独的螺旋夹、夹钳或等效装置,在水门汀固化期间,用于将试样模具固定在一起。

F.1.5 螺旋测微计或等效测微装置,精确到 0.01 mm。

F.1.6 计时器,精确到 1 s。

F.2 试样制备

将模具置于放在平金属盖板上的防水白板(F.1.2)上。按生产厂使用说明书制备的水门汀填入裂环模具(F.1.3)中。盖上覆有防水白板的第 2 块金属盖板,压紧并用夹子(F.1.4)将紧紧固定。

调和结束 120 s,将模板和螺旋夹一齐放入恒温箱(F.1.1)中。

1 h 后,拧开螺旋夹,取出金属板和薄板,再小心地从裂环模中取出试样,用测微计(F.1.5)测试试样的厚度,仅使用 $(1.0\pm 0.1)\text{ mm}$ 厚的试样。随即将试样浸没在 $(37\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 的 ISO 3696:1987,3 级水中,放置 7 d。

F.3 试验步骤

用分光光度法进行比较,若仪器的精度能达到 $\pm 0.02 C_{0.70}$ 时。

在试验过程中,将试样放在有光源照射的白色背景(反射率为 70%)上,测试试样的反射率 $R_{0.70}$ 。然后,再把试样放在黑色背景物上,使用同一光源照射,测试试样的反射率 R_B 。由下式计算光学性能。

$$C_{0.70} = R_B / R_{0.70}$$

F.4 结果评价

如果水门汀试样的光学性能介于两个标准之间或等于其中的任何一个,则材料通过试验并符合 8.5a)的要求。

附 录 G

(规范性附录)

光学性能的测试(颜色)

(仅适用修复用聚链烯酸盐玻璃水门汀)

G.1 器具

G.1.1 白色贴纸,作为白色漫反射背景,其反射率约 90%。

G.1.2 试样的制备

按照 F.2 所述的试验步骤制备试样,试样储存于在 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的符合 ISO 3696:1987,3 级水中,放置 7 d。

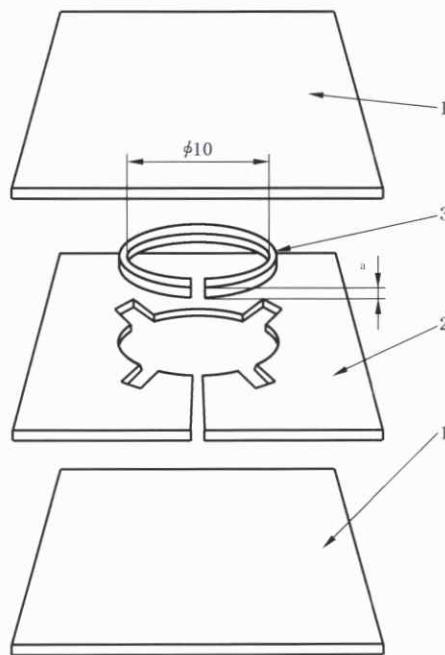
G.2 试验步骤

将试样从水中取出,用滤纸除去水门汀表面多余的水分,并将试样放置在漫反射白色背景上。按照 ISO 7491 规定的比色步骤与生产厂提供的或者指定的比色板对试样色泽进行比较。

G.3 结果评价

试样的色泽应与生产厂描述的相一致,则满足 8.5b) 的要求。

单位为毫米



说明:

1——盖板;

2——支撑板或模型;

3——裂环。

^a 环的高度。

图 G.1 光学性能及色泽试验制备试样用的模具

附录 H
(规范性附录)
酸溶砷含量及铅含量的测试

H.1 试剂

试剂应为分析级,并且为“低含铅”级。

H.1.1 浓盐酸($\rho=1.18\text{ g/mL}$),低含铅。

H.1.2 稀盐酸,由 20 mL 浓盐酸(H.1.1)注入 80 mL 水(H.1.3)稀释成。

H.1.3 水,ISO 3696:1987,2 级水。

H.2 试样的制备

按照推荐的粉、液比,取足量的粉、液调和,得到 3 g 水门汀。将调和好的水门汀放入一只干净的塑料袋内,并将塑料袋袋口封闭。用手把袋中的水门汀压平,使之成一片薄片,将此薄片置于 37 ℃ 的烘箱内,保持 24 h。24 h 后,将其放入玛瑙研杵和研钵中,研成细粉。精确称量 2 g 研成细粉的水门汀,倒入 150 mL 的锥形瓶内,加入 50 mL 稀盐酸(H.1.2)。盖上瓶盖并将锥形瓶持续振荡 16 h。

将溶液倒入离心管离心 10 min。将上清液移入试样容器,并盖紧容器盖。

H.3 砷的测试步骤

取适量按 H.2 制备的溶液,按照 ISO 2590 的方法(仲裁法)或按中华人民共和国药典(2010 年版)中的方法测试砷含量。

H.4 铅的测试步骤

取适量按 H.2 制备的溶液,用原子吸收法或等效方法或更敏感的方法测试铅含量。

H.5 结果评价

H.5.1 酸溶砷含量不应超过表 1 给出的限值,则满足 8.6 的要求。

H.5.2 酸溶铅含量不应超过表 1 给出的限值,则满足 8.6 的要求。

附 录 I

(规范性附录)

X 射线阻射性的测试

I.1 器具

I.1.1 单相牙科 X 光机,装有合适附件,具有 1.5 mm 铝片滤光特性的,且能在 (65 ± 5) kV 电压下正常操作运行。

I.1.2 牙科咬合 X 光胶片,符合 ISO 3665 有关规定,D 组(按照 ISO 3665:1996 分类)速率,使用新制备好的显影剂和定影剂。

I.1.3 铝质楔形梯级,具有 0.5 mm~5.0 mm 厚度等步长 0.5 mm 的铝质楔形梯级,楔形梯级是独立的。

用于制备的铝合金的铝的质量百分比应至少为 98%,铜含量小于 0.1%,铁含量小于 1.0%。

I.1.4 光密度测量计,能够测量 0.5~2.5 的光密度。

I.1.5 模具,制备直径 (15 ± 1) mm、厚度 (1.0 ± 0.1) mm 圆形试样的环。

I.1.6 聚酯膜, (50 ± 30) μ m 厚度、透明易于照光。

I.1.7 玻璃板或金属板(见条款 D.1.2)。

I.1.8 恒温箱,能保持 (37 ± 1) $^{\circ}$ C,至少 90%相对湿度的箱。

I.1.9 螺旋测微计或等效装置,精确到 0.01 mm。

I.1.10 单个夹或同类夹具,在水门汀固化期间,用于将试样模具固定在一起。

I.1.11 砂纸,1 200 目湿砂纸或干砂纸。

I.2 试样的制备

把模具(I.1.5)置于覆盖有薄膜(I.1.6)的玻璃板(I.1.7)上面,稍过量充填水门汀材料,将一张薄膜(I.1.6)覆盖在模具内的材料上,盖上第二块玻璃板(I.1.7),挤压超充的材料。用夹子(I.1.10)夹紧该组合件,以便制备合适厚度试样,将此组合件放入箱(I.1.8)中并使之固化 30 min。

从模具内取出试样,用螺旋测微计(I.1.9)测量试样中心部位的厚度。采用厚度在 (1.0 ± 0.1) mm 之间的试样进行试验。如果试样的尺寸过大的话,可用砂纸(I.1.11)打磨加工直到其尺寸达到指定的厚度范围。将试样保存在 (23 ± 2) $^{\circ}$ C 的水(ISO 3696:1987,3 级)中,试验前的储存时间不宜超过 7 d。为防止受试试样脱水,在将受试试样从水中取出 30 min 之内测量其 X 射线阻射性。

I.3 试验步骤

牙科咬合 X 光胶片(I.1.2)置于一块厚度不小于 2 mm 的铅板上,把试样及铝质楔形梯级(I.1.3)放在 X 光胶片的中心部位。

距试样 400 mm 处,用额定电压 (65 ± 5) kV 的 X 光机阴极靶照射试样、铝质楔形梯级和胶片一定的时间,使试样和铝质楔形梯级周围的胶片上的光密度在 1.5~2。

注 1: 10 mA 电流的典型的曝光时间是 0.3 s~0.4 s。

待 X 光胶片经过显影、定影处理以后,用光密度计(I.1.4)将试样图像的光密度与铝质楔形梯级图像的光密度进行比较。

注 2: 为了提高测量的精度,将铝质楔形梯级的光密度与厚度的关系绘制曲线图。

I.4 结果处理

从 X 光胶片评价等效铝板厚度(即取铝质楔形梯级的厚度数值范围的较大值:例如,若试样产生薄膜密度等同于 3.5 mm~4.0 mm 厚度铝质楔形梯级的话,则取 4.0 mm)。

X 射线阻射性应参考 8.7 判定。

注: X 射线阻射性试验结果的解释中,应该记住试样 X 射线阻射性越高,经照光后胶片上图像产生的 X 光密度越低(较透明)。

参 考 文 献

- [1] YY/T 0268—2008 牙科学 口腔医疗器械生物学评价 第1单元 评价与试验 (ISO/FDIS 7405:2008, NEQ)
- [2] GB/T 16886.1—2011 医疗器械生物学评价 第1部分:风险管理过程中的评价与试验 (ISO 10993-1:2009, IDT)
-

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
牙 科 学 水 基 水 门 汀
第 1 部 分 : 粉 / 液 酸 碱 水 门 汀
YY 0271.1—2016

*

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 (100029)
北 京 市 西 城 区 三 里 河 北 街 16 号 (100045)

网 址 www.spc.net.cn
总 编 室 : (010)68533533 发 行 中 心 : (010)51780238
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 1.75 字 数 44 千 字
2016 年 9 月 第 一 版 2016 年 9 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 : 155066 • 2-30666 定 价 33.00 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 0271.1—2016