ICS 11.060.10
C 33

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY 0717—2009/ISO 6876:2001

牙科根管封闭材料

Dental root canal sealing materials

(ISO 6876:2001,IDT)

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

前　言

本标准的全部技术内容为强制性的。

本标准等同采用 ISO 6876:2001《牙科根管封闭材料》。

本标准依据 ISO 6876:2001 重新起草，为了增加标准的可操作性，进行了编辑性修改。

本标准与 6876:2001 的主要差异和原因如下：

——将 ISO 引言中的“不固化的牙科根管封闭材料不适用于本标准”移至范围中。

——规范性引用文件中将 ISO 3696:1987 改为 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》。

——4.2 国际标准规定“如果生产厂声称产品无菌，则生产厂有责任提供无菌的证明。本标准未对无菌要求或试验方法进行规定，建议按照现存已有的国家标准。如果没有国家标准应该参考美国、欧洲或日本药典”。因为我国无菌试验采用药典规定，因此将原标准转化为“如果生产厂声称产品无菌，则生产厂有责任提供无菌的证明。本标准未对无菌要求或试验方法进行规定，但建议参考相应的国家规定，如中国药典”。

——国际标准中规定在测试固化后的尺寸变化试验时使用平玻璃板，尺寸约为 25 mm×75 mm×1 mm厚。但考虑到 1 mm 厚的玻璃片在装夹于 C 型夹后很容易夹碎，因此本标准的 7.6.1.2 中增加“或适合的平不锈钢板”。

——7.7.1.7 增加“(硅胶)”，国际标准中干燥器中内置五氧化二磷或其他合适的干燥剂，但其他合适的干燥剂并未举例。硅胶是实验室常用的干燥剂，且技术上符合此试验的要求。

——7.7.3 加入了恒重的定义——“恒重是指两次称重间隔 24 h 重量之差小于 0.002 g”。

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、张研、李媛、张殿云、孙志辉、白伟。

牙科根管封闭材料

1 范围

本标准规定了用于永久封闭牙根管的牙科根管封闭材料的性能要求和试验方法。牙科根管封闭材料可以在潮湿或无潮湿环境下固化，可以结合牙根管根尖充填尖使用或单独使用。本标准仅适用于正向充填的牙根管封闭材料，即从牙齿冠部进行根管充填。

不固化的牙科根管封闭材料不适用于本标准。

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

ISO 3665:1996 摄影技术 牙科用射线照相胶片规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

调和时间 mixing time

使各组分均匀混合的时间，是工作时间的一部分。

3.2

工作时间 working time

从调和开始至能够使用封闭材料且对其性能不产生不利影响的时间。

3.3

固化时间 setting time

从调和结束开始计时，直到封闭材料按 7.4 描述的指标和条件固化所需的时间。

注：本固化时间是从调和时间结束后开始计时的，因为调和时间会有较大的差异。

4 要求

4.1 组成

按 7.1 试验，封闭材料中不应含有肉眼可见的异物。

按生产厂使用说明书使用时，各组分调和形成的封闭材料应符合本标准的性能要求。

4.2 微生物危害

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。

如果生产厂声称产品无菌，则生产厂有责任提供无菌的证明。本标准未对无菌要求或试验方法进行规定，但建议参考相应的国家规定，如《中国药典》。

若生产厂声称产品具有治疗作用，则其成分的纯度和无菌性，应符合封闭剂上市销售国家的相关药典规定，或药物产品的纯度和无菌性应符合国家的法规。

4.3 物理机械性能

4.3.1 流动性

按 7.2 试验，每个试片的直径应不小于 20 mm。

4.3.2 工作时间

按 7.3 试验测得的封闭材料的最小工作时间，应不低于生产厂提供的工作时间的 90%。

本试验仅适用于生产厂提供的工作时间低于 30 min 的封闭材料。

4.3.3 固化时间

如果封闭材料的固化时间小于 30 min，按 7.4 试验测得的封闭材料的固化时间，应不大于生产厂提供的固化时间的 110%。

如果生产厂提供的封闭材料的固化时间范围为大于 30 min，最长 72 h，则测得的固化时间应在生产厂声称的范围内。

4.3.4 薄膜厚度

按 7.5 试验，封闭材料的薄膜厚度应不大于 50 μm。

4.3.5 固化后尺寸变化

按 7.6 测得的封闭材料的平均尺寸变化，收缩率应不大于 1.0%，或膨胀率不大于 0.1%。

4.3.6 溶解性

按 7.7 测得的固化后的封闭材料的溶解率应不大于 3%质量分数。肉眼观察，试样应无分解现象。

4.3.7 X 射线阻射性

按 7.8 试验，封闭材料的 X 射线阻射性，应不低于 3 mm 厚铝板的等效阻射性。

5 取样

试验样品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 试验环境

除非生产厂有特殊规定，所有试验均应在温度为 23 ℃±2 ℃，相对湿度为 50%±5%的环境下进行。在试验开始前所有组分应在此环境下放置至少 24 h。

7 试验方法

7.1 异物

正常目力观察，封闭材料各组分不应有可见的异物。

7.2 流动性

7.2.1 器具

7.2.1.1 两片玻璃板，至少 40 mm×40 mm，厚约 5 mm。

注：每片玻璃板的质量大约 20 g。

7.2.1.2 重物块，大约 100 g。

7.2.1.3 带刻度的注射器，能够输送 0.05 mL±0.005 mL 调和后的封闭材料。

7.2.2 步骤

根据生产厂的说明书操作封闭材料。

使用带刻度的注射器(7.2.1.3)输送 0.05 mL±0.005 mL 封闭材料，将其置于一片玻璃板(7.2.1.1)的中心，在推荐的调和结束后 180 s±5 s，将第二块玻璃板放于封闭材料顶部正中。随后放上重物块(7.2.1.2)，使施加的总质量为 120 g±2 g。在推荐的调和后 10 min 取下重物块并且测量所压封闭材料试片的最大和最小直径。如果两直径相差小于 1 mm，则记录两直径的平均值。如果两直径相差

大于 1 mm，则重新试验。

7.2.3 结果判定

7.2.3.1 共测试 3 次，每次测试结果均应符合 4.3.1 的要求。

7.2.3.2 若是为 7.3.3 的测试，计算 3 个试样的平均值，精确至毫米。

7.3 工作时间

7.3.1 概述

此试验仅适用于生产厂声称工作时间小于 30 min 的封闭材料。

7.3.2 器具

同 7.2.1。

7.3.3 步骤

参考生产厂提供的工作时间，重复 7.2.2 试验步骤，在生产厂声称的调和时间和固化时间之间不断增加时间间隔。每次都需使用新调和的材料。当试样直径比 7.2.3.2 所测得流动性的试样的直径小 10%时，该时间记录为工作时间。

7.3.4 结果判定

共测试 3 次，计算平均值，精确至 30 s，记录结果作为封闭材料的工作时间。

7.4 固化时间

7.4.1 器具

7.4.1.1 恒温恒湿箱，能维持温度 37 ℃±1 ℃，相对湿度不低于 95%的环境。

7.4.1.2 针入度计，具有质量为 100 g±0.5 g、直径为 2 mm±0.1 mm 的平坦端面的压头，压头尖部的长度至少为 5 mm 圆柱，压头的端面应是一水平面，与长轴成直角。

7.4.1.3 模具

a) 无需潮气即可固化的封闭材料，使用不锈钢环形模具，模具型腔内径 $d=10$ mm，高 $h=2$ mm。

b) 需潮气才可固化的封闭材料，使用石膏模具，模具型腔内径 $d=10$ mm，高 $h=1$ mm。

注：石膏模型腔的制作方法：取一塑料片(直径 $d=10$ mm，高 $h=1$ mm)放置于容积为 1 mL～2 mL 的塑料杯底，将调和好的熟石膏充填杯中，待石膏固化后，取出塑料片和塑料杯即可。

7.4.1.4 金属块，最小尺寸 8 mm×20 mm×10 mm，使用前放置于 37 ℃±1 ℃的恒温恒湿箱(7.4.1.1)中至少 1 h。

7.4.1.5 平玻璃片，厚约 1 mm，例如：载玻片。

7.4.2 试样制备

按生产厂说明书操作封闭材料。

a) 无需潮气即可固化的封闭材料：将不锈钢模具(7.4.1.3)放置在平玻璃片(7.4.1.5)上，将调和好的封闭材料充满不锈钢模具，材料与模具上端平齐。调和结束后 120 s±10 s，将上述组件放于恒温恒湿箱中的金属块(7.4.1.4)上。

b) 需潮气才可固化的封闭材料：将石膏模具放置于温度为 37 ℃，相对湿度为 95%的环境中24 h，将调和好的封闭材料充满预处理的石膏模具型腔中。

7.4.3 步骤

当接近生产厂提供的固化时间时，轻轻地将针入度计的压头垂直放于封闭材料水平面上，抬起压头并擦拭干净，重复上述操作直到肉眼观察不到压痕出现。从调和结束后开始计时，直到压痕不再出现的时间记录为固化时间。

7.4.4 结果判定

测试 3 次，每次结果都应符合 4.3.3 的规定。

7.5 薄膜厚度

7.5.1 器具

7.5.1.1 两片光学方形或圆形玻璃平板，具有至少 5 mm 的均匀厚度。接触面积大约为 200 mm^2 ±

10 mm^2。

7.5.1.2 加荷装置，能够施加 150 N±3 N 的载荷。

7.5.1.3 千分表或其他相似测量仪器，测量精度为 1 μm。

7.5.2 步骤

按生产厂的说明书操作封闭材料。

测量相接触的两平板玻璃(7.5.1.1)的厚度，精确到 1 μm。将调和好的封闭材料放置于第一块玻璃板的中心，再在封闭材料中央放上第二块玻璃板。从调和开始 180 s±10 s 时轻轻地用加荷装置(7.5.1.2)对玻璃平板顶部垂直施加 150 N 的载荷。确保封闭材料完全充满两玻璃板之间。从调和开始 10 min 后用千分表(7.5.1.3)再次测量两玻璃板连同封闭材料薄膜的厚度。

7.5.3 结果判定

通过计算测量带封闭材料和不带封闭材料的玻璃板厚度的差值，得出薄膜厚度。

测试 3 次，每次结果都应符合 4.3.4 的规定。

7.6 固化后的尺寸变化

7.6.1 器具和材料

7.6.1.1 3 个对开圆柱形模具，内径 6 mm，高 12 mm，由不锈钢或与试样匹配的其他材料制成。

为了便于将模具和需要潮气才可固化的试样分离，建议使用脱模剂，比如 3%聚乙烯醚蜡己烷溶液。

7.6.1.2 平玻璃片 6 片，尺寸约为 25 mm×75 mm×1 mm 厚，例如载玻片，或适合的平不锈钢板。

7.6.1.3 不透水的塑料薄膜，比如 50 μm±30 μm 厚的聚乙烯薄膜。

7.6.1.4 3 个 25 mm 的 C 形夹。

7.6.1.5 恒温恒湿箱，能维持温度 37 ℃±1 ℃，相对湿度不低于 95%的环境。

7.6.1.6 测量器具，测量精度为 1 μm，允许在试样上施加不超过 0.1 N 的均匀分散的载荷。

7.6.2 试样制备

按下列方法之一制备 3 个试样：

a) 无需潮气即可固化的封闭材料：根据生产厂说明书调和 2 g 材料。将模具(7.6.1.1)放于覆有聚乙烯薄膜(7.6.1.3)的平玻璃片(7.6.1.2)上，将调和好的封闭材料，稍超充于模具中。再用一块覆有聚乙烯薄膜的玻璃片压于封闭材料顶部。将模具连同玻璃片一起固定在 C 形夹(7.6.1.4)上。从调和开始后 5 min，将材料和 C 型夹一同放入相对湿度 95%～100%，温度为 37 ℃±1 ℃的环境中。对固化时间小于等于 2 h 的封闭材料，在进行到下一操作阶段前允许放置的时间为按照 7.4 试验所得的 3 倍固化时间。

b) 需潮气才可固化的封闭材料：将模具放于覆有聚乙烯薄膜的玻璃片上。按生产厂说明书将 2 g 材料和 0.02 mL(0.02 g)的水调和，将调和物稍超充于模具中。将覆有聚乙烯薄膜(7.6.1.3)的另一块玻璃片放于封闭材料顶部。继续按 7.6.2a)描述的步骤操作。

两种方法制作的试样，制备后将含有试样的模具在 P600 的湿砂纸上往复摩擦，使试样两端磨平。从模具中取出试样，测量试样的高度，精确到 10 μm。将其贮存在 37 ℃±1 ℃的蒸馏水中 30 d，再次测量试样高度，精确到 10 μm。

7.6.3 结果判定

计算试样长度的变化与原长的百分比，完成 3 次上述试验，3 次结果的平均值做为试样的尺寸变化，结果应符合 4.3.5 的规定。

7.7 溶解性

7.7.1 器具和材料

7.7.1.1 两个开口环形模具，内径 20 mm±1 mm，高 1.5 mm±0.1 mm。

7.7.1.2 玻璃平板四块，玻璃板的尺寸应大于环形模具的最大尺寸。

7.7.1.3 不透水的塑料薄膜，比如 50 μm±30 μm 厚的聚乙烯薄膜。

7.7.1.4 浅盘，如培养皿或其他合适的玻璃或陶瓷盘，直径大约 90 mm，最小容积 70 mL，质量已知，并称重精确到 0.001 g。

7.7.1.5 恒温恒湿箱，能维持温度 37 ℃±1 ℃，相对湿度不低于 95%的环境。

7.7.1.6 水，试验用水应符合 GB/T 6682—2008，3 级水的要求。

7.7.1.7 干燥器，内置五氧化二磷或其他合适的干燥剂(硅胶)。

7.7.1.8 烤箱，维持温度 110 ℃±2 ℃。

7.7.2 试样制备

按下列方法之一制备 4 个样品。

a) 无需潮气即可固化的封闭材料，将模具(7.7.1.1)放在玻璃板(7.7.1.2)上，向模具腔内稍超充填根据生产厂说明书调和好的封闭材料。将覆有一张聚乙烯薄膜(7.7.1.3)的另一块玻璃板放于封闭材料顶部，小心取下玻璃板，使材料形成一均匀平面。将上述装置放入恒温恒湿箱(7.7.1.5)中，放置时间至少为生产厂提供的固化时间的 1.5 倍。从模具中取出试样，测量其质量，精确到 0.001 g。

b) 需要潮气才可固化的封闭材料，将模具放在玻璃板上，按生产厂说明书调和 2 g 封闭材料和 0.02 mL(0.02 g)的水(7.7.1.6)，将调和物稍超填于模具中。在封闭材料顶部盖上覆有聚乙烯薄膜的玻璃板。将上述装置放入恒温恒湿箱中 24 h。从模具中取出试样，仔细修整毛边后测量其质量，精确到 0.001 g。

7.7.3 步骤

将两个试样放入浅盘(7.7.1.4)中，两个试样之间不能相互接触和互相干扰。加入 50 mL±1 mL 水，盖上盘盖并将其放入恒温恒湿箱中 24 h，之后取出试样。用 2 mL～3 mL 的清水在浅盘内清洗试样。检查盘内的冲洗物。若出现颗粒状物，表明材料分解，则封闭材料不符合 4.3.6 的要求。

取出试样，蒸发掉浅盘内的水，水不要沸腾，之后在 110 ℃±2 ℃烤箱中烤干浅盘至恒重。每次称重前将浅盘在干燥器(7.7.1.7)中冷却至室温。恒重是指两次称重间隔 24 h 重量之差小于 0.002 g。称重精确到 0.001 g。

7.7.4 结果判定

计算最终浅盘的质量与初始浅盘质量的差值，作为从试样上溶出的封闭材料，精确到 0.001 g。计算质量差值与两试样初始质量之和的百分比，精确至 0.1%。

进行两次试验，计算两次结果的平均值作为试样的溶解率，结果应符合 4.3.6 的要求。

7.8 X 射线阻射性

7.8.1 器具

7.8.1.1 不锈钢圆环模具，内径 10 mm±0.1 mm，高 1 mm±0.01 mm，用塑料、纸或者其他 X 射线透射材料制成的上下盖板。

7.8.1.2 单相牙科 X 射线机，管电压为 65 kV±5 kV，并配有适当的附件。

7.8.1.3 牙科 X 射线咬殆片，速度为 ISO 3665:1996 规定的 D 或 E，以及显影液和定影液。

7.8.1.4 X 阻射性量具：楔状阶梯铝板，由纯度至少为 98%的铝，最大铜含量 0.1%，最大铁含量 1%的材料制成，铝楔长 50 mm、宽 20 mm，厚度从 0.5 mm～9.0 mm，相邻阶梯间距为 0.5 mm，精确到 10 μm。

7.8.1.5 光密度计，测量范围为 0.5～2.5。

7.8.2 步骤

根据生产厂的说明书操作封闭材料。

将调和好的封闭材料填入模具(7.8.1.1)中，将模具顶部和底部盖上盖板，使封闭材料成型达到 1 mm厚。将模具放在牙科 X 射线咬殆片(7.8.1.3)中央，旁边放上楔状阶梯铝板(7.8.1.4)。再在楔状

阶梯铝板下放置一个同样的盖板。

使用 65 kV±5 kV 的 X 射线，在距胶片大约 300 mm 的距离处，对试样、楔状阶梯铝板和胶片进行照射。照射时间以能使 1 mm 厚铝楔，及其下方盖板下的胶片的光密度值在 0.5～2.5 之间为宜。

在胶片显影、定影和干燥后，用光密度计(7.8.1.5)对试样和楔状阶梯铝板影像的光密度进行比较。试样的 X 射线阻射性，以等效铝板厚度的毫米数表述。

注：X 射线片影像的光密度值随阻射性增加而减小。

7.8.3 结果判定

如果试样影像的光密度值小于 3 mm 厚铝楔的光密度值，则封闭材料的 X 射线阻射性的等效铝板厚度大于 3 mm，结果符合 4.3.7 的要求。

8 生产厂提供的包装，标识和信息

8.1 概述

除 8.3 和 8.4 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。

8.2 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。

8.3 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) 粉剂或糊剂的最小质量(g)、液剂的最小体积(mL)；

e) 贮存条件。

8.4 产品说明书和信息

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，包括封闭材料是否适合不加根管充填尖而单独使用；

c) 调和方法及各组分的混合比例；

d) 工作时间和固化时间(若声明)；

e) 指明材料是否含有任何治疗作用的成分，并在材料使用说明书中予以声明；

f) 推荐的贮存条件；

g) 封闭材料是否会导致牙齿变色以及必要的防护措施以减小此影响；

h) 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；

i) 如果有无菌声明，应有适当的标识。

参 考 文 献

[1] ISO 1942-5:1989 Dental vocabulary—Part 5:Terms associated with testing

[2] YY 0462—2003 牙科石膏产品(ISO 6873:1998,MOD)

[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)

中华人民共和国医药
行业标准
牙科根管封闭材料
YY 0717—2009/ISO 6876:2001
*
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 0.75 字数 15 千字
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷
*
书号:155066·2-20065 定价 16.00 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

YY 0717-2009