



1470

中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1599—2018

牙科学 聚合物基修复材料 聚合收缩测试方法 激光测距法

Dentistry—Test method for polymerization shrinkage of
polymer-based restorative materials—Laser ranging method

2018-02-24 发布

2019-03-01 实施



国家食品药品监督管理总局 发布

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
牙科学 聚合物基修复材料
聚合收缩测试方法 激光测距法
YY/T 1599—2018

*

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 0.5 字数 12 千字
2018 年 3 月第一版 2018 年 3 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 2-32526 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)68510107

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本标准由国家食品药品监督管理总局提出。

本标准由全国口腔材料和器械设备标准化技术委员会(SAC/TC 99)归口。

本标准起草单位: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:郑刚、白伟、林红、徐永祥。

引 言

牙科聚合物基修复材料,特别是用于充填修复的光固化聚合物基修复材料已经成为临床治疗应用的主流,此类材料在治疗应用中可能导致治疗缺陷的隐患之一就是材料的聚合收缩特性。目前,比较有效的测量牙科聚合物基修复材料聚合收缩的方法包括:密度法、膨胀计法、图像分析法(Accvol法)、电阻应变片法及弯曲薄片法。

密度法是利用聚合物基修复材料发生聚合收缩前后的密度变化间接测量其收缩率的方法,该方法已经形成ISO标准。但由于该方法在测量材料本身密度的同时,还需测量放置材料的容器的密度,而且测量结果对环境温度比较敏感;该方法还需在水溶液中测量材料试样固化前和固化后的浮力,而聚合物基修复材料本身是有吸水特性的,在液体中测量时表面也易吸附气泡,影响测量准确性。因此,这种方法的干扰因素较多,容易产生误差。

膨胀计法是利用聚合物基修复材料在容器中聚合收缩时引起的液面变化测量材料聚合收缩的方法。但是,由于即使很微小的温度变化也能影响液体本身的体积变化,所以这种方法受温度影响较大。在试验过程中,必须小心地保持试验温度,以维持实验中液体介质的体积不受影响。此方法实时检测误差较大。

图像分析法(Accvol法)是基于激光扫描和光学测量技术,对半球形聚合物基修复材料试样的投影外形进行实时测量的方法。测量时通过计算,将半球形投影的变化换算成半球体积的变化,获得试样的聚合收缩率。但是,由于光固化机光源对光学信号干扰较大,因而不能监测光固化过程中试样聚合收缩的动态变化。

电阻应变计法是利用双轴向电阻应变片,测量聚合物基修复材料在两个相互垂直方向上的收缩变形。但这种电阻应变片传感器只能感应到聚合物基修复材料的弹性模量达到一定水平之后的聚合收缩变化,不能测量材料的全部聚合收缩。

弯曲薄片法(deflecting disc method)是在放置于玻璃板上的铜环内放入复合树脂材料,铜环上盖一个薄玻璃片,并与复合树脂接触。光固化灯从玻璃板下向上照射,使复合树脂固化。薄玻璃片上表面与传感器接触,监测复合树脂的固化收缩变化。该方法得到的是在光照方向上的固化收缩量,而且传感器直接测量到的尺寸变化是薄玻璃片的变形,虽然薄玻璃片的变形是复合树脂收缩引起的,但因薄玻璃片被支撑在铜环上,向下弯曲时受到铜环的刚性拘束,因此,测量不出早期克服玻璃片刚性约束的收缩量。

本标准提出的聚合收缩测量方法是激光测距法,该方法利用激光测距原理,无接触、实时测量牙科聚合物基修复材料从光聚合前开始到材料发生聚合成为固态全过程的聚合收缩变化。

牙科学 聚合物基修复材料 聚合收缩测试方法 激光测距法

1 范围

本标准规定了测量牙科聚合物基修复材料聚合收缩性能的激光测距法的试验装置和试验方法。
本标准主要适用于光固化聚合物基修复材料以及由光引发聚合的充填修复材料。
本标准不适用于化学固化和双重固化(Ⅰ类和Ⅲ类)聚合物基修复材料。

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。

GB/T 9937 口腔词汇(全部)(ISO 1942:1989, IDT)

3 术语和定义

GB/T 9937 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

试样 specimen

接受测量的受检材料及其聚合固化后形成的被测样块。

3.2

固化腔 curing chamber

容纳受检材料,并供其聚合固化的空间。

3.3

激光位移传感器 laser displacement sensor

采用激光三角测量法的高精度位移传感器。

3.4

数据采集单元 data acquisition unit

与激光位移传感器配套的位移数据采集装置。

3.5

固化光源 curing light source

手持式光固化机,光源出口直径大于 7 mm。

3.6

聚合收缩 polymerization shrinkage

材料发生聚合固化反应后产生的线性收缩或体积收缩。

3.7

聚合收缩率 polymerization shrinkage rate

材料聚合收缩发生的尺寸变化与材料聚合收缩前尺寸的比值。经常采用的有线性聚合收缩率和体积聚合收缩率。

4 试验方法

4.1 试验条件

试验应在室温(23 ± 2)℃,相对湿度为30%~80%的环境中进行。

试验材料至少在(23 ± 2)℃环境中放置30 min。

试验环境的照明最好采用波长大于520 nm的黄光灯。

4.2 试验装置

聚合收缩测量试验装置应具备以下条件,如图1所示:

- a) 激光位移传感器的测量范围不小于 ± 1 mm,精度至少达到满量程的0.03%。
- b) 两个激光位移传感器(A和B)在固化腔长轴两端相对配置,并与固化腔之间刚性固定(见图1)。
- c) 固化腔采用聚四氟乙烯材料制作,内部尺寸为2 mm $\times$ 2 mm $\times$ 6.3 mm,尺寸公差为 ± 0.05 mm,内表面粗糙度为: $Ra \leq 1.6$ μ m。
- d) 为测量固化腔中心长轴方向的收缩变化,固化腔的长轴与分别位于固化腔两端的激光位移传感器的激光束同轴。
- e) 测量时,应可以将与固化腔长轴垂直的两个腔壁移开,以保证激光位移传感器直接测量与材料紧密接触的薄铝片沿长轴方向的移动变化。
- f) 聚合物基修复材料聚合固化过程中,固化腔壁对材料在测量方向上的收缩应没有阻碍。
- g) 光固化机,选择适合聚合物基修复材料的光源及辐射能量,光源输出口直径大于7 mm,放置在固化腔的上方,输出口距固化腔上表面的距离为1 mm~2 mm。
- h) 光固化机能够在达到设定的照射时间后,手动或自动关闭。
- i) 润滑硅脂。
- j) 薄铝片,正方形,厚度约为0.10 mm~0.15 mm,边长尺寸约为1.5 mm~1.8 mm。
- K) PE薄膜,厚度不大于0.01 mm。

4.3 取样

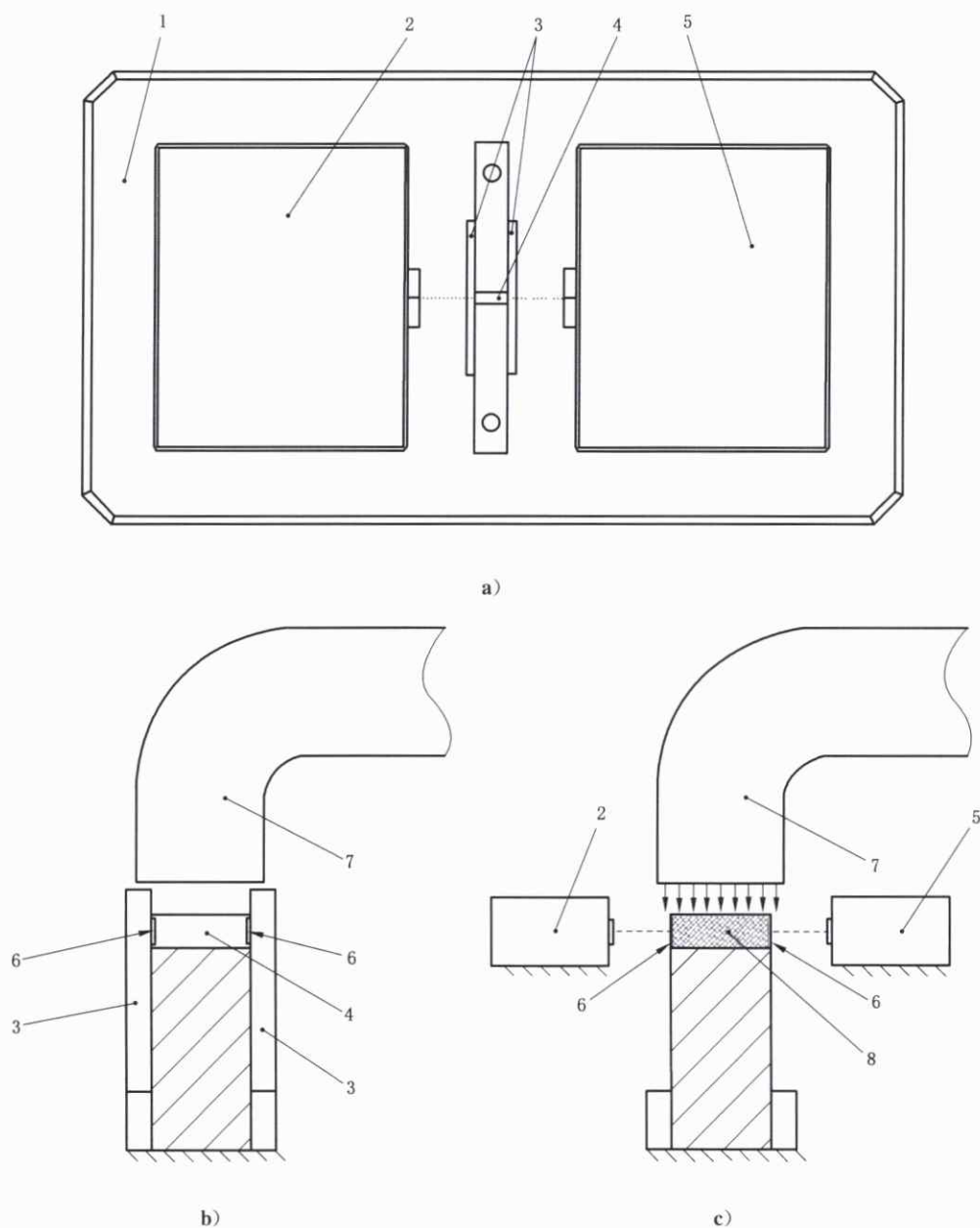
抽取同批号的5个聚合物基修复材料的最小包装样品进行试验,用每个小包装内的样品进行2次试验,共进行10次试验。

4.4 试验前准备

4.4.1 开启激光位移传感器,预热1 h,待系统基本稳定后,开始试验。

4.4.2 将待测材料在室温(23 ± 2)℃下放置至少30 min。

4.4.3 确认激光位移传感器的激光束对准固化腔测量端面的中心。



说明：

- 1——底板；
- 2——激光位移传感器 A；
- 3——可拆卸固化腔壁；
- 4——固化腔；
- 5——激光位移传感器 B；
- 6——薄铝片；
- 7——固化光源；
- 8——聚合物基修复材料。

图 1 聚合收缩测量试验装置示意图

4.5 试验步骤

4.5.1 清理并组装固化腔。

4.5.2 在固化腔内表面涂擦少量硅脂,将薄铝片[4.2j)]分别放在固化腔两测量端的可拆卸固化腔壁上[见图 1b)]。

4.5.3 将聚合物基修复材料填充到固化腔内,待充填完成后,撤去两个测量端的固化腔壁,薄铝片保留在聚合物基修复材料的测量端表面,如图 1c)所示。

4.5.4 如果材料的流动性较强(如流动性复合树脂),可先在两个可拆卸固化腔壁内侧分别铺垫 PE 薄膜[4.2k)],薄膜尺寸为:长度大于 10 mm,宽度大于 6 mm。在固化腔内表面涂擦少量硅脂,在薄膜内侧放置薄铝片,并使铝片与薄膜贴紧。从固化腔中央分别向两端缓慢注入流动性聚合物基材料,避免内部产生气泡。注入的材料与固化腔上表面平齐后,将两端的 PE 薄膜盖在固化腔的上表面,应确保每端的 PE 薄膜至少有 2 mm 在固化腔长轴方向与上表面的材料接触。撤去两个测量端的固化腔壁。

4.5.5 聚合物基修复材料在固化腔内静置 5 min。流动性聚合物基材料在固化腔内静置 10 min。

4.5.6 打开激光位移传感器的数据采集单元,观察数据显示器。当显示值在 30 s 时间范围内变化不大于 0.000 1 mm 时,将两个激光位移传感器的测量值 L_{A1} 和 L_{B1} 置零。

4.5.7 开启光固化机,按照聚合物基修复材料产品说明书规定的照射时间,照射固化腔内的聚合物基修复材料。

4.5.8 从光固化机开启开始,采集数据 5 min,读取两个激光位移传感器的最终数据,记为 L_{A2} 和 L_{B2} 。

4.5.9 按式(1)计算线性聚合收缩率。

$$S = [(L_{A2} - L_{A1} + L_{B2} - L_{B1})/6] \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

S ——线性聚合收缩率;

L_{A2} ——激光位移传感器 A 采集的最终数据,单位为毫米(mm);

L_{A1} ——激光位移传感器 A 采集的最初数据,单位为毫米(mm);

L_{B2} ——激光位移传感器 B 采集的最终数据,单位为毫米(mm);

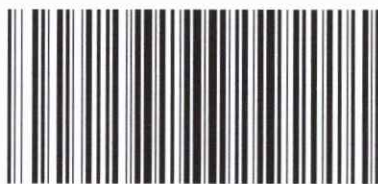
L_{B1} ——激光位移传感器 B 采集的最初数据,单位为毫米(mm)。

4.5.10 重复以上测量过程 10 次,计算线性聚合收缩率的测量平均值及其标准差。

4.6 试验报告

测定聚合收缩率的试验报告至少应包含以下内容:

- 试验材料的产品名称和型号(是否为流动性聚合物基材料)。
- 试验材料的批号。
- 试验材料的最小包装形式。
- 光固化机的光源种类及辐射能量。
- 线性聚合收缩率的测量平均值及其标准偏差。
- 试验日期。



YY/T 1599-2018

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 2-32526

定价: 16.00 元