



中华人民共和国医药行业标准

YY 1042—2011
代替 YY 1042—2003

牙科学 聚合物基修复材料

Dentistry—Polymer-based restorative materials

(ISO 4049:2009, MOD)

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 | I |
| 引言 | II |
| 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 要求 | 2 |
| 5.1 生物相容性 | 2 |
| 5.2 理化性能 | 2 |
| 5.3 修复材料的色调 | 3 |
| 5.4 照射和吸水后的色稳定性 | 3 |
| 5.5 X射线阻射性 | 4 |
| 6 取样 | 4 |
| 7 试验方法 | 5 |
| 7.1 通用试剂——水 | 5 |
| 7.2 试验环境 | 5 |
| 7.3 检查 | 5 |
| 7.4 试样制备 | 5 |
| 7.5 粘固材料的薄膜厚度的测量 | 5 |
| 7.6 I类和Ⅲ类修复材料(粘固材料除外)的工作时间 | 7 |
| 7.7 I类和Ⅲ类粘固材料的工作时间 | 9 |
| 7.8 I类和Ⅲ类材料的固化时间 | 10 |
| 7.9 II类材料的环境光线敏感性 | 11 |
| 7.10 II类材料的固化深度 | 12 |
| 7.11 挠曲强度 | 13 |
| 7.12 吸水值和溶解值 | 15 |
| 7.13 照射和吸水后的色调以及颜色稳定性 | 17 |
| 7.14 X射线阻射性 | 18 |
| 8 生产厂提供的包装、标志、说明书和信息 | 20 |
| 8.1 包装 | 20 |
| 8.2 标志 | 20 |
| 8.3 生产厂产品说明书和给用户的信息 | 21 |
| 8.4 中文标志 | 21 |
| 参考文献 | 22 |

前 言

本标准的全部技术内容为强制性。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 YY 1042—2003《牙科学 聚合物基充填、修复和粘固材料》，与 YY 1042—2003 相比，主要技术变化如下：

- 标准名称改为《牙科学 聚合物基修复材料》；
- 4 分类 II 型中增加了粘固材料；
- 5.2.9 表 1 中增加了粘固材料挠曲强度要求；
- 根据 ISO 4049:2009，取消了 YY 1042—2003 中 7.14.2、7.14.3 和 7.14.4 中方法 A 的相关内容；
- 个别条款中试验温度和测量精度有所变化。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 4049:2009《牙科学 聚合物基修复材料》。

本标准与 ISO 4049:2009 相比主要技术变化如下：

- 将 7.14 中有关“数字化 X 线设备检测 X 线阻射性”的内容，如 7.14.2、7.14.5 和 7.14.6 中的相关内容删除。

关于规范性引用文件，本标准做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 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 8601:2000, IDT)；
- YY/T 0631—2008 牙科材料 色稳定性的测定(ISO 7491:2008, IDT)；
- 用 GB/T 9937(所有部分)代替 ISO 1942(所有部分)，两项标准各部分之间的一致性程度如下：
 - GB/T 9937.1—2008 口腔词汇 第 1 部分：基本和临床术语(ISO 1942-1:1989, IDT)；
 - GB/T 9937.2—2008 口腔词汇 第 2 部分：口腔材料(ISO 1942-2:1989, IDT)；
 - GB/T 9937.3—2008 口腔词汇 第 3 部分：口腔器械(ISO 1942-3:1989, IDT)；
 - GB/T 9937.4—2005 牙科术语 第 4 部分：牙科设备(ISO 1942-4:1989, IDT)；
 - GB/T 9937.5—2008 口腔词汇 第 5 部分：与测试有关的术语(ISO 1942-5:1989, 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(SAC/TC 99)归口。

本标准起草单位：北京大学口腔医学院口腔医疗器械检验中心。

本标准主要起草人：林红、张研、郑刚、韩建民。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 11749—1989；
- YY 91042—1999；
- YY 1042—2003。

引 言

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。

牙科学 聚合物基修复材料

1 范围

本标准规定了牙科聚合物基修复材料的要求。该类材料是以适合于经机械混合、手工调合、或在口腔内/外采用外加能量等方式激活的形式提供的,主要用于牙齿窝洞的直接或间接修复和窝洞的粘接。

本标准所涵盖的聚合物基粘固材料是指用于修复体和修复装置,如嵌体、高嵌体、贴面、冠和桥的粘固或固位的材料。本标准不涵盖材料结构中含有粘接成分的聚合物基粘固材料。

本标准不涵盖用于预防龋齿的牙科材料(见 YY 0622—2008)或用于金属基底上的贴面材料(见 YY 0710)。

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

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

GB/T 9937(所有部分) 口腔词汇[ISO 1942(所有部分)]

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

ISO 3665 摄影术 口腔内牙科影像片 技术规范(Photography—Intra-oral dental radiographic film—Specification)

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

遮色粘固材料 opaquer luting material

着色强度大的聚合物基粘固材料,用于遮盖下方材料和牙齿结构。

3.2

遮色 opaque

着色强度大的聚合物基修复材料的遮盖作用。

4 分类

本标准中牙科聚合物基修复材料分为以下几种类型:

- a) I型:生产厂家声称适合用于涉及牙合面修复的聚合物基修复材料;
- b) II型:除I型外的其他聚合物基修复和粘固材料。

牙科聚合物基修复材料分为以下三类。

——I类:通过调合引发剂和促进剂,使其固化的材料(自固化材料)。

——Ⅱ类:通过外部能源如蓝光或加热,使其固化的材料[外部能量激活材料,见 8.3e]。

它又可分为以下两个组:

1) 1组:需要在口腔内完成外部能量激活的材料;

2) 2组:需要在口腔外完成外部能量激活的材料。固化完成后再粘固到待修复部位。

若制造商声称材料同时归属于第1组和第2组,则该材料应同时满足两组的要求。

注:Ⅱ类粘固材料仅归属于第1组。

——Ⅲ类:通过外部能量可使其固化,同时又具有自固化机制的材料(双重固化材料)。

5 要求

5.1 生物相容性

见引言中有关生物相容性的说明。更详细的信息见 YY/T 0268 和 GB/T 16886.1。

5.2 理化性能

5.2.1 一般要求

若生产厂提供多种色调的修复材料,每种色调,包括遮色剂在内的材料,均应能满足相应型号和类别材料的环境光线敏感性(5.2.7)、固化深度(5.2.8)、色调(5.3)和颜色稳定性(5.4)的各项要求。若所提供材料可以根据使用者的要求调色和混合,则材料单独使用和按推荐的最大比例调色和混合后的材料,均应符合要求[见 8.3 d)]。

同样,若生产厂提供多种色调的粘固材料,每种色调,包括遮色粘固材料在内,均应符合固化深度(5.2.8)的全部要求。除生产厂声称材料具有颜色稳定性外,粘固材料无需测试色稳定性(5.4)。

对于 5.2 和 5.5 中的其他要求,只需检测一个有代表性色调的修复材料。代表性色调可以是生产厂归类为“通用型”的材料,或若无此种分类,则以 Vita®¹⁾ 颜色分类中“A3”色调作为代表性色调。然而,如果生产厂家声称其他颜色具有更高的 X 线阻射性[见 5.5 和 8.3 o)],则应对此声明进行测试。

性能要求见表 1、表 2 和表 3。

5.2.2 粘固材料的薄膜厚度

按照 7.5 测试,粘固材料的薄膜厚度不应大于生产厂声称值 10 μm 以上,且任何情况下薄膜厚度均不应大于 50 μm。

5.2.3 I类和Ⅲ类修复材料(粘固材料除外)的工作时间

按照 7.6 测试,I类和Ⅲ类修复材料(粘固材料除外)的工作时间应不小于 90 s。

5.2.4 I类和Ⅲ类粘固材料的工作时间

按照 7.7 测试,材料应能形成薄层。在薄层形成过程中,其均匀性不应有可察觉的变化。

5.2.5 I类材料的固化时间

按照 7.8 测试,I类修复材料(粘固材料除外)的固化时间应不大于 5 min,I类粘固材料的固化时间应不大于 10 min。

1) Vita®是 Vita Zahnfabrik, H Rauter GmbH & Co K G, Postfach 1338, D-79704 Bad Sackingen, Germany 的商品名。提供此信息只是为本标准的使用者的方便,而不构成本标准的条款。

5.2.6 Ⅲ类材料的固化时间

按照 7.8 测试,Ⅲ类材料的固化时间应不大于 10 min。

5.2.7 Ⅱ类材料的环境光线敏感性

按照 7.9 测试,材料应保持物理均匀性。

5.2.8 Ⅱ类材料的固化深度

按照 7.10 测试,Ⅱ类修复材料(粘固材料除外)中生产厂标明用于遮色的材料,其固化深度应不小于 1 mm,其他修复材料应不小于 1.5 mm。

按照 7.10 测试,生产厂标明用于遮色的粘固材料,其固化深度应不小于 0.5 mm。其他粘固材料应不小于 1.5 mm。

任何情况下,除遮色粘固材料以外,所有材料的固化深度都应不低于生产厂规定值 0.5 mm 以上。

5.2.9 挠曲强度

按照 7.11 测定,聚合物基修复材料的挠曲强度应等于或大于表 1 规定的最小值。

表 1 挠曲强度

| 修复材料 | | 挠曲强度 MPa |
|------------|--------|-------------|
| | | 最小值 |
| I 型 | I 类 | 80 |
| | Ⅱ类 1 组 | 80 |
| | Ⅱ类 2 组 | 100 |
| | Ⅲ类 | 80 |
| Ⅱ型(包括粘固材料) | I 类 | 50 |
| | Ⅱ类 1 组 | 50 |
| | Ⅲ类 | 50 |

5.2.10 吸水值和溶解值

按照 7.12 测试:

- a) 所有材料的吸水值应小于或等于 $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ 。
- b) 所有材料的溶解值应小于或等于 $7.5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ 。

5.3 修复材料的色调

按照 7.13 和 YY/T 0631 测试,固化后材料的色调应接近生产厂家提供的比色板。如果生产厂未提供比色板,则生产厂需指定一个可用的商品比色板,用于评价是否符合该项要求[见 8.3 1)]。另外,不用放大镜肉眼观察,固化后的材料应着色均匀。

5.4 照射和吸水后的色稳定性

按照 7.13 和 YY/T 0631 测试,修复材料的色泽只能有轻微的变化。对于粘固材料的色稳定性,仅在生产厂声称材料具有色稳定性时,才予以测试。此时应按照 7.13 和 YY/T 0631 测试,其色泽只允许有轻微的变化。

5.5 X射线阻射性

5.5.1 若生产厂声称材料具有X射线阻射性[见8.2.3 h)],按照7.14测试,其X射线阻射性应等于或大于与材料同等厚度的铝板,并且不小于生产厂声称值0.5 mm以上。

5.5.2 本试验应使用“通用”色调的材料(见5.2.1),但如果生产厂家声称一种或多种其他色调材料的X射线阻射性值至少为“通用”色调材料的两倍时,则该色调材料应该按照5.5.1[见8.3 o)]进行测试。

注:铝具有与牙本质相当的X射线阻射性,因此等同于1 mm铝的X射线阻射性的1 mm材料,其X射线阻射性等同于牙本质的X射线阻射性。

表2 修复材料(粘固材料除外)的理化性能要求(挠曲强度最小值见表1)

| 材料类别 | 要求(条款号) | | | | |
|------|----------------------|------------------------------|------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|
| | 工作时间 (5.2.3) s | 固化时间 (5.2.5、5.2.6) min | 固化深度 ^a (5.2.8) mm | 吸水值 (5.2.10) μg/mm ³ | 溶解值 (5.2.10) μg/mm ³ |
| | 最小 | 最大 | 最小 | 最大 | 最大 |
| I类 | 90 | 5 (5.2.5) | — | 40 | 7.5 |
| II类 | — | — | 1(遮色剂) 1.5(其他) | 40 | 7.5 |
| III类 | 90 | 10 (5.2.6) | — | 40 | 7.5 |

^a 所有材料的值均不应低于生产厂规定值0.5 mm以上。

表3 粘固材料的理化性能

| 材料类别 | 要 求 | | | | | |
|------|------------------------------------|----------------------|------------------------------|------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|
| | 薄膜厚度 ^a (5.2.2) μm | 工作时间 (5.2.4) s | 固化时间 (5.2.5、5.2.6) min | 固化深度 ^b (5.2.8) mm | 吸水值 (5.2.10) μg/mm ³ | 溶解值 (5.2.10) μg/mm ³ |
| | 最大 | 最小 | 最大 | 最小 | 最大 | 最大 |
| I类 | 50 | 60 | 10 (5.2.5) | — | 40 | 7.5 |
| II类 | 50 | — | — | 0.5(遮色 粘固材料) 1.5(其他) | 40 | 7.5 |
| III类 | 50 | 60 | 10 (5.2.6) | — | 40 | 7.5 |

^a 测试值不得大于生产厂声称值10 μm以上。
^b 任何情况下,除遮色粘固材料以外,其他材料的值均应不低于生产厂规定值0.5 mm以上。

6 取样

从同批号零售包装中抽取试验所需足够量样品,包括必要时重复试验所需样品。

注:足够量应为50 g。

7 试验方法

7.1 通用试剂——水

试验用水应符合 GB/T 6682 分析实验室用水的 2 级水要求,用于试验。

7.2 试验环境

除生产厂另有规定外,全部试样制备和试验均应在 $(23\pm 1)^\circ\text{C}$,在任何时候,均应控制在相对湿度大于 30%且小于 70%的环境下进行。在任何时候,若为冷藏保存的材料,试验前应使其达到 $(23\pm 1)^\circ\text{C}$ 。

Ⅲ类材料工作时间(见 7.6)和固化时间(见 7.8)的测定应在无辐射活化条件下进行。

注:环境中的自然光和人造光源均能使这些材料活化。为了控制材料不被活化,试验应在有黄色滤光片²⁾过滤光源的暗室内进行。

7.3 检查

肉眼观察应符合第 8 章的要求。

7.4 试样制备

Ⅱ类和Ⅲ类材料试样的制备应参照生产厂说明书[见 8.3 e)]中规定或推荐使用的外部能量,并确保外部能量处于满足的工作状态[见 YY 0055(所有部分)]。

按照生产厂说明书和 7.2 的试验环境要求,对材料进行调和或用其他方法制备试样。

对测试时要求试样完全固化的试验(7.11~7.14),确保从模具中所取出试样的结构均匀是非常重要的。为此,不用放大镜肉眼观察,试样中不应有孔隙、不连续和气泡存在。

一些聚合物基材料,尤其是某些粘固材料,与贱金属有化学亲合力,使得试样从金属模具中难以取出。因此,应注意生产厂[见 8.3 m)]提供的有关这种特性的信息。若生产厂声称材料有这种特性,则制备试样的模具应由非金属材料(如高密度聚乙烯)制成。

7.5 粘固材料的薄膜厚度的测量

7.5.1 器具

7.5.1.1 两片玻璃板,正方形或圆形光学玻璃平板,两片玻璃板之间的接触面积为 $(200\pm 25)\text{mm}^2$,每片玻璃板厚度应均匀,且不小于 5 mm。

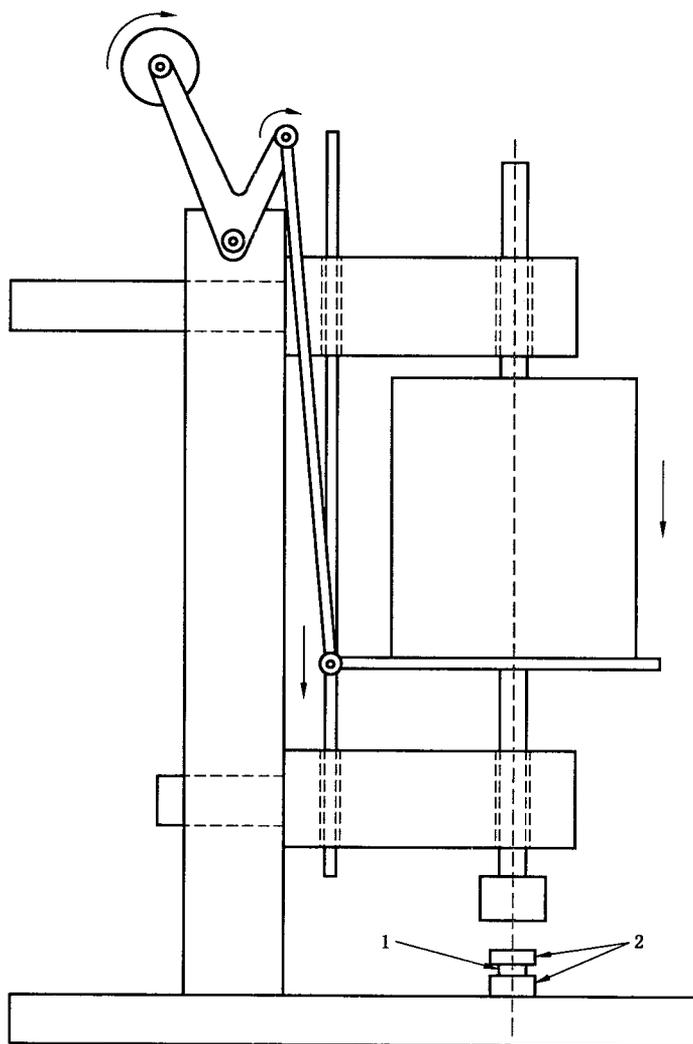
7.5.1.2 加载装置或等效装置,如图 1 所示。该装置通过上玻璃板对试样垂直施加 $(150\pm 2)\text{N}$ 力。图 1 中加载头附在加载杆底端,其端面与底座平行且为水平。加载力应平稳施加且无旋转发生。

注:可用定位装置辅助玻璃板定位。对于圆形玻璃板,在定位装置的底盘上安装 3 个垂直定位销;对于正方形玻璃板,用 4 个定位销来定位(见图 2)。

7.5.1.3 外部能量(用于Ⅱ类和Ⅲ类材料),采用生产厂推荐的用于被试材料。

7.5.1.4 千分表或等效测量器具,精度 0.001 mm。

2) Lee Filters, Andover, Hants, UK 的 Polyester Filter101(聚酯滤光片 101),是合适的可用的产品举例。此信息知识为方便本标准的使用者,但 ISO 并不对该产品承担保证的义务。



说明:

- 1——试样;
- 2——玻璃板(7.5.1.1)。

图 1 薄膜厚度试验加荷装置(7.5)

7.5.2 试验步骤

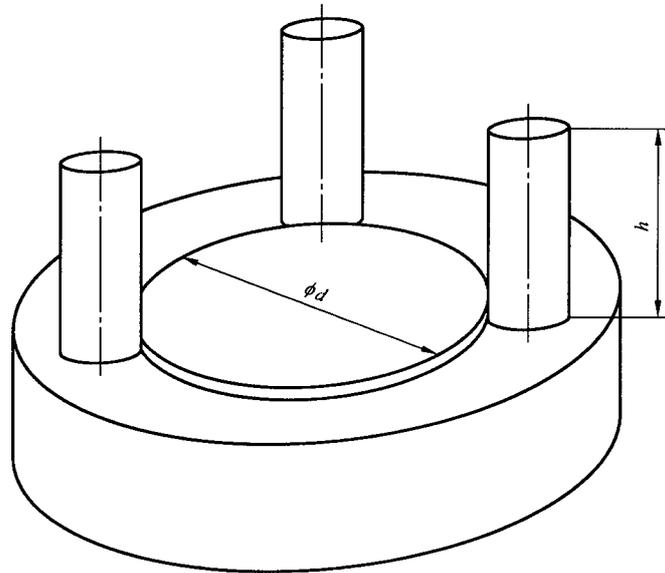
7.5.2.1 预备阶段

用千分表(7.5.1.4)测量两光学玻璃板(7.5.1.1)紧密接触时的厚度,测量精度为 0.001 mm(读作 A)。移开上玻璃板,将按照生产厂说明书制备的试验材料 0.02 mL~0.1 mL 放置在下玻璃板中心,将下玻璃板置于加荷装置下平台上,并使加载头(7.5.1.2)对准下玻璃板中心位置。将上玻璃板沿原测量方向放置在试验材料上。定位销(图 2)有助于玻璃板定位。

7.5.2.2 I 类材料

在 I 类材料调和后(60±2)s 时,通过上玻璃板,沿垂直方向向试样中心施加(150±2)N 力,并保持(180±10)s。确保试验材料完全充满两玻璃板之间的空间。至少在调和开始 10 min 后,将其从加载装置上移出,从两玻璃板中央测量两玻璃板及试样薄膜总厚度(读作 B)。

记录读数 A 和读数 B 的差值,精确到 $1\ \mu\text{m}$,作为粘固材料的薄膜厚度。
上述试验共进行 5 次。



注 1: 直径 d 略微超过玻璃片直径。

注 2: 销钉的高度 h 是单片玻璃板厚度的 1.5 倍。

图 2 玻璃板定位装置(7.5)

7.5.2.3 II类和III类材料

在 II 类材料取出或 III 类材料调和后,立即通过上玻璃板,沿垂直方向向试样中心施加 $(150 \pm 2)\text{N}$ 力,保持 $(180 \pm 10)\text{s}$,并确保试样能完全充满两玻璃板之间的空间。卸下载荷,通过上玻璃板中央对试样进行照射,照射时间为推荐光照时间的两倍。

注: 照射的目的不是要使材料全部固化,而是稳定试样便于测量。

对 II 类和 III 类材料照射后,将玻璃板从加载装置上移出,从玻璃板中央测量两玻璃板及试样薄膜的总厚度(读作 B)。

记录读数 A 和读数 B 的差值,精确到 $1\ \mu\text{m}$,作为粘固材料的薄膜厚度。

上述试验共进行 5 次。

7.5.3 结果判定

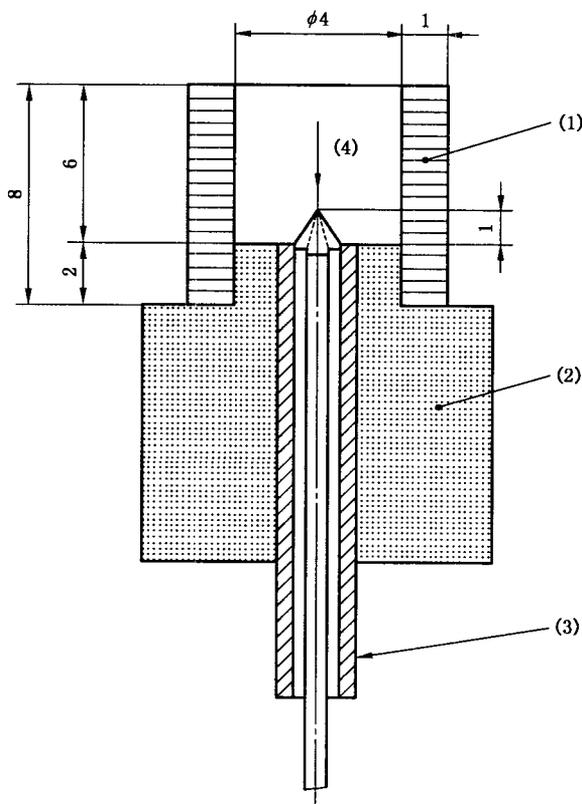
记录并报告 5 个试样的薄膜厚度,试验结果判定如下:

- 若至少有 4 个值小于或等于 $50\ \mu\text{m}$,则材料符合 5.2.2 的第二项要求。
- 若有 3 个或 3 个以上的值大于 $50\ \mu\text{m}$,则材料不符合要求。
- 若只有 3 个值小于或等于 $50\ \mu\text{m}$,则应重复整个试验。第二次试验中,若有 1 个或 1 个以上的值大于 $50\ \mu\text{m}$,则材料不符合要求。
- 若生产厂对薄膜厚度有特定的声称值,则 5 个测试值中至少有 4 个不大于声称值 $10\ \mu\text{m}$ 以上,则材料符合 5.2.2 的第一项要求。

7.6 I类和III类修复材料(粘固材料除外)的工作时间

7.6.1 器具

7.6.1.1 热电偶装置,如图 3 所示。



说明：

- 1——聚乙烯管；
- 2——聚酰胺块；
- 3——不锈钢管；
- 4——热电偶圆锥测头。

图 3 工作时间和固化时间测定器具(7.6,7.8)

该器具由聚酰胺或类似材料块(2)和安装在上面的聚乙烯管或类似材料(1)组成。聚酰胺块的孔中装有一个不锈钢管(3),不锈钢管中装有一个性能稳定的热电偶(4)。

管(1)长 8 mm,内径 4 mm,壁厚 1 mm。聚酰胺块(2)与管(1)连接部分的直径为 4 mm,高为 2 mm。二者组合后形成一个高 6 mm、直径 4 mm 的试样槽。为了便于试验后试样的取出,热电偶(4)的顶部做成圆锥状,嵌入试样槽 1 mm。上述尺寸的允许误差为 ± 0.1 mm。

热电偶丝由直径 (0.20 ± 0.05) mm,能指示试样固化中温度变化的材料(例如,铜/康铜)制成,其精度为 0.1 °C。将热电偶与一台记录温度的仪器(例如,伏特计或记录仪)连接,该仪器能记录温度达此精度。

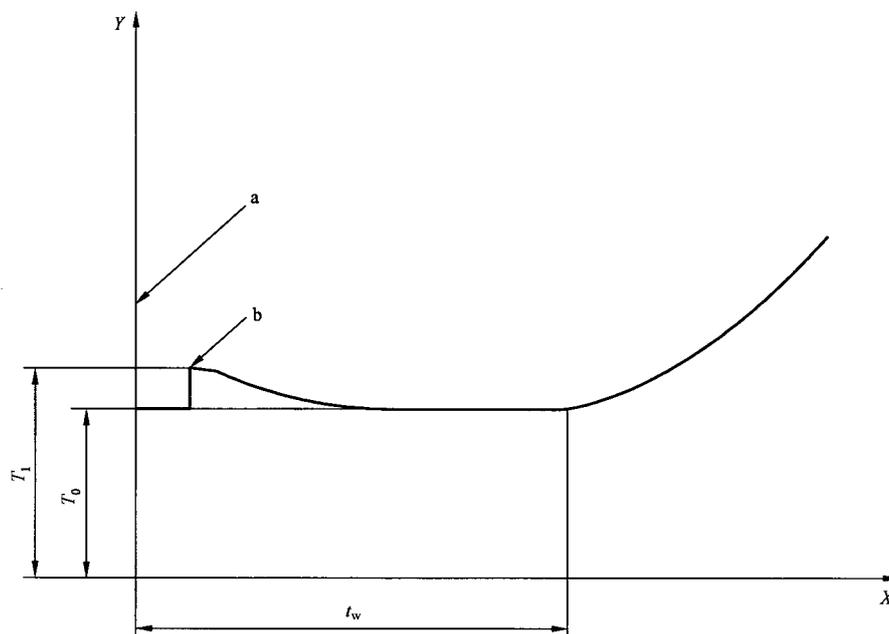
7.6.2 步骤

按照生产厂的说明书(见 8.3)制备试验材料,并从调和开始计时。将试样槽保持在 (23 ± 1) °C 的环境中。自调和开始 30 s 时,将调和后的材料放入试样槽中,记录材料的温度 T_0 。保持器具(7.6.1.1)在 (23 ± 1) °C,并持续记录材料的温度直至温度达最高值。

图 4 为典型的记录曲线。一旦材料放入试样槽,温度立刻轻微上升至 T_1 ,然后下降直至稳定在 T_0 ,随后温度又开始上升。温度开始上升的点,表示固化反应开始,即工作时间的结束。由 $(T_0 \pm 0.1)$ °C 作一条水平基线,水平基线与曲线上升段的交点所对应的时间即为工作时间 t_w 。测试结果与温度密切相关,在允许的温度范围内的微小温度变化可造成试验结果有几秒钟的差异。从调和开始至温

度开始上升的时间记为工作时间 t_w 。

上述试验共测试 5 次。



说明：

X —— 时间；

Y —— 温度；

a —— 开始调和；

b —— 插入。

注：本示意图表明 T_0 为材料填入时的温度， T_1 为材料填入后温度立即轻微上升后的温度。温度开始上升点是固化反应的开始即工作时间 t_w 的结束。

图 4 工作时间的测定

7.6.3 结果判定

记录工作时间，并报告如下：

- 若至少有 4 个测得的时间大于或等于 90 s，则材料符合 5.2.3 的要求。
- 若有 3 个或 3 个以上时间小于 90 s，则材料不符合 5.2.3 的要求。
- 若只有 3 个时间大于或等于 90 s，应重新试验。在第二次试验的结果中，有 1 个或 1 个以上的结果小于 90 s，则材料不符合 5.2.3 的要求。

7.7 I 类和 III 类粘固材料的工作时间

7.7.1 器具

7.7.1.1 2 片载玻片。

7.7.1.2 计时器，精度为 1 s。

7.7.2 步骤

自调和开始 60 s 时，将质量约 30 mg 的材料团块放在第一个载玻片上(7.7.1.1)，立即再将第二个载玻片放在材料上并以剪切动作压挤，使材料形成薄层。

肉眼观察材料是否物理均匀。

注：在该试验中，如材料已开始固化，在薄层形成时，试样会出现裂隙、气泡。对于快速固化的材料，黏度的增加会影响薄层的形成。

再重复上述试验两次。每次试验使用新的样品。记录 3 次试验的结果。

7.7.3 结果判定

肉眼观察，若 3 个试样都能保持物理均匀性并形成薄层，则材料符合 5.2.4 的要求。

7.8 I 类和 III 类材料的固化时间

7.8.1 测定 I 类和 III 类修复材料固化时间的器具

7.8.1.1 热电偶测试器具，见 7.6.1.1 的规定。

7.8.2 测定 I 类和 III 类粘固材料固化时间的器具

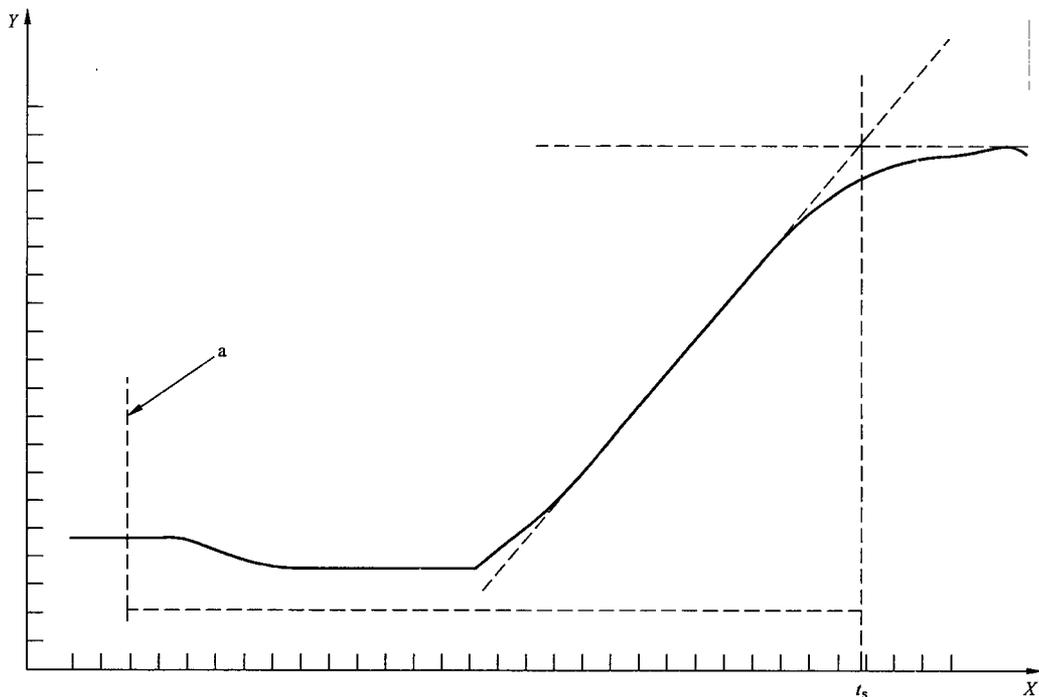
7.8.2.1 热电偶测试器具，见 7.6.1.1 的规定，除管的长度改为 6 mm，试样槽高度为 4 mm 外，其他尺寸同 7.6.1.1 的规定。

7.8.3 步骤

除试验器具(7.8.1)保持在温度为 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的环境中，其余同 7.6.2 的规定。

测量从开始调和至温度达到最大值平台的时间(见图 5)。由曲线的最大值平台反向延长线与其温度直线上升部分的延长线的交点所对应的横坐标，记为固化时间 t_s 。

上述试验共测试 5 次。



说明：

X —— 时间；

Y —— 温度；

a —— 调和开始。

注：从曲线最大值平台处做反向延长线与其温度直线上升部分的延长线的交点，得到固化时间 t_s 。

图 5 固化时间的测定(7.8.3)

7.8.4 结果判定

记录固化时间,参照表 2 和表 3,对应的各类材料报告如下:

- 若至少有 4 个测得的时间不超过表 2 和表 3 中相应材料的规定时间,则材料符合 5.2.5 或 5.2.6 的要求。
- 若有 3 个或 3 个以上测得的时间超过表 2 和表 3 中相应材料的规定时间,则材料不符合 5.2.5 或 5.2.6 的要求。
- 若只有 3 个时间不超过表 2 和表 3 中相应材料的规定时间,应重新测试。在第二次试验中,若有 1 个或 1 个以上的时间超过表 2 和表 3 中相应材料的规定时间,则材料不符合 5.2.5 或 5.2.6 的要求。

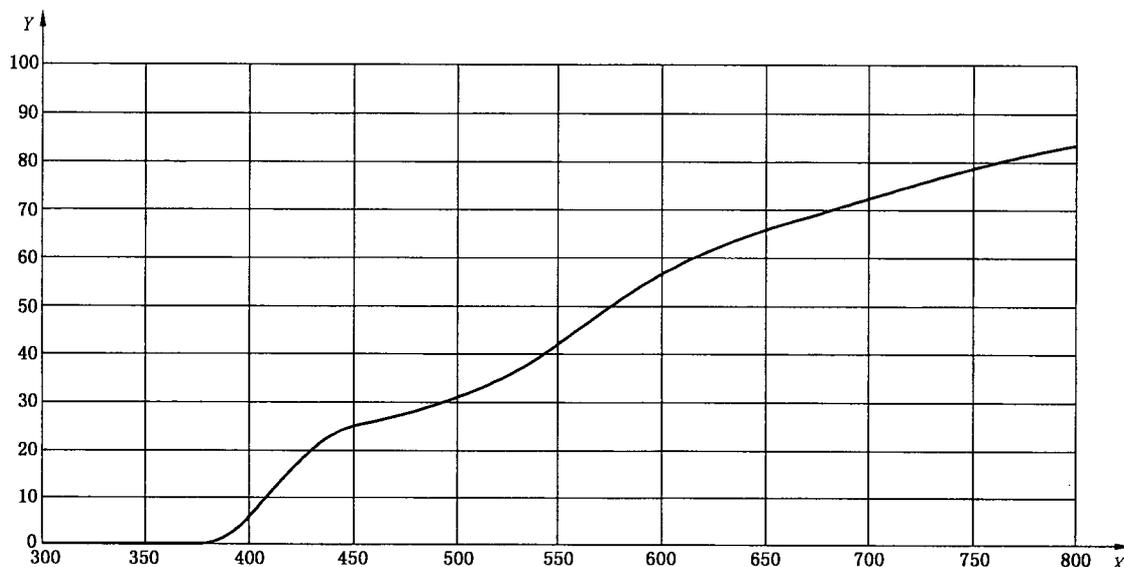
7.9 II 类材料的环境光线敏感性

7.9.1 器具

7.9.1.1 氙灯或等效光源,并装有颜色转换滤光片和紫外线滤光片(YY/T 0631—2008 中有合适器具的描述)。

颜色转换滤光片³⁾内部透射率应与图 6 相符合,允许误差 $\pm 10\%$ 。紫外线滤光片由硼硅酸盐玻璃制成,对 300 nm 以下光波的透射率应小于 1%,对 370 nm 以上的光波透射率应大于 90%。

使用滤光片的目的是改变氙灯光谱,或使其等效接近口腔灯的光谱。应对滤光片和光源进行定期检查,以确保照度计测得的色温保持在 3 600 K~6 500 K。



说明:

X —— 波长, nm;

Y —— 内部透射率, T_i 。

图 6 颜色转换滤光片的内部透射率

3) 由 Schott AG, Advanced Materials, Huttenstr. 1, 31. 73 Grunnenplan, Germany, website: www.chott.com/advanced-materials 提供的 KR 12 滤光片是合适的商品,举例,本信息只是为方便本标准的使用者,但 ISO 并不对该产品承担保证的义务。

7.9.1.2 2片载玻片/盖玻片。

7.9.1.3 照度测量仪器,例如能测量 $(8\ 000\pm 1\ 000)\text{lx}$ 的照度计。

7.9.1.4 可调节的工作台。

7.9.1.5 无反射的黑色罩,用于覆盖照度计。

注:防止照度计的反射光线对试样观察的干扰。

7.9.1.6 计时器,精度为1s。

7.9.2 步骤

在暗室中,将照度测量仪器(7.9.1.3)放在配有颜色转换滤光片和紫外线滤光片的氙灯(7.9.1.1)下。调整照度测量仪器的高度使氙灯在工作台上的照度为 $(8\ 000\pm 1\ 000)\text{lx}$ [可调节工作台(7.9.1.4)应满足此要求]。用无反射黑色罩(7.9.1.5)覆盖照度计。将质量约30mg的材料团块放置在载玻片(7.9.1.2)上,然后移到照度计顶部,暴露于照射光下 $(60\pm 5)\text{s}$ 。将带有试样的载玻片从照射区移出,立即用第二张载玻片以剪切动作压挤材料,形成一薄层。

肉眼观察材料质地是否物理均匀。

注:在该试验中,如果材料已开始固化,在薄层形成时,样本将会出现不连续性和孔隙。将试样与未被照射的试样进行比较,有助于观察。

再重复上述试验两次,每次均使用新的试样。记录三次测试结果。

7.9.3 结果判定

肉眼观察,3个试样的材料都能保持物理均匀性,则材料符合5.2.7的要求。

7.10 II类材料的固化深度

7.10.1 器具

7.10.1.1 不锈钢模具,用于制备长6mm,直径4mm的圆柱形试样。如果生产厂声称的固化深度超过3mm,模具的长度至少应该比声称的固化深度的两倍长2mm。

注:为便于取出试样,可使用不影响固化反应的脱膜剂,例如,含3%聚乙烯醚蜡的己烷溶液。

7.10.1.2 两片载玻片,每片的尺寸应能盖住模具的一个表面。

注:可以使用标准的载玻片。

7.10.1.3 白色滤纸。

7.10.1.4 薄膜,可以透过照射光,厚度为 $(50\pm 30)\mu\text{m}$,例如,聚酯。

7.10.1.5 外部能源,生产厂推荐用于材料测试的能源[见8.3e]。

7.10.1.6 千分尺,精度为0.01mm。

7.10.1.7 塑料刮刀。

7.10.2 步骤

将一片透明薄膜(7.10.1.4)放在载玻片(7.10.1.2)上,然后将模具(7.10.1.1)放在薄膜上。按照生产厂的说明书制备材料,并注意排除气泡。再将测试材料填入模具。充填时,材料稍溢出模具。将第二片透明薄膜放于模具顶部,再将第二片载玻片放于薄膜上。挤压载玻片(7.10.1.2)之间的模具和薄膜,以去除多余的材料。将模具放在滤纸(7.10.1.3)上,去除盖在上部薄膜上的载玻片。外部能源(7.10.1.5)的输出窗抵在薄膜上。按照生产厂推荐的固化时间照射材料。遮色粘固材料的固化深度不小于0.5mm,遮色修复材料不小于1mm,所有其他材料不小于1.5mm。

照射结束后,立刻将试样从模具中取出,并用塑料刮刀(7.10.1.7)去除未固化的材料。用千分尺

(7.10.1.6)测试固化材料圆柱的高度,精确到 $\pm 0.1\text{mm}$,然后将测得的值除以2。此值记作固化深度。
重复上述试验2次。

Ⅱ类2组材料的测试应在经预照射后进行,而不是在固化箱中处理后进行。本测试的目的是为了证实材料在成型阶段发生的单体向聚合体的转化,从而使材料能够从代型转移到固化箱中。

7.10.3 结果判定

若测试的遮色粘固材料的3个值都大于 0.5mm ,遮色修复材料的3个值都大于 1.0mm ,其他所有材料的3个值都大于 1.5mm ,则认为此材料符合5.2.8的前两项要求。

若3个值都不小于生产厂声称值的 0.5mm 以上,则材料符合5.2.8的第三项要求。

7.11 挠曲强度

7.11.1 器具

7.11.1.1 模具,如可用于制备规格为 $(25\pm 2)\text{mm}\times(2.0\pm 0.1)\text{mm}\times(2.0\pm 0.1)\text{mm}$ 试样的不锈钢模具。可使用脱模剂(见7.10.1.1的注)。模具如图7所示。金属亲和材料的制备参见7.4第4段。

7.11.1.2 2块金属板,规格尺寸应能够盖住模具的上、下两面。对于Ⅱ类和Ⅲ类材料,聚合中应使用载玻片。

7.11.1.3 小螺旋模具夹,在试样制备过程中用于向金属板加压。

注:试样制备过程中产生的误差对本试验结果影响较大,尤其在制备难以充填的高黏度材料试样时,更易混入气泡或造成试样的不连续性。如果这类材料难以制备出满意的试样,则在试样制备时小螺旋夹应改为能对金属板施加 $1\,000\text{kg}$ 载荷的器具。

7.11.1.4 薄膜,能透过照射光,厚 $(50\pm 30)\mu\text{m}$,例如聚酯。

7.11.1.5 白色滤纸。

7.11.1.6 水浴,温度能保持在 $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ 。

7.11.1.7 外部能源(用于Ⅱ类和Ⅲ类材料),生产厂推荐的用于测试材料[见8.3 e)]。

7.11.1.8 千分尺,精度为至少为 0.005mm 。

单位为毫米

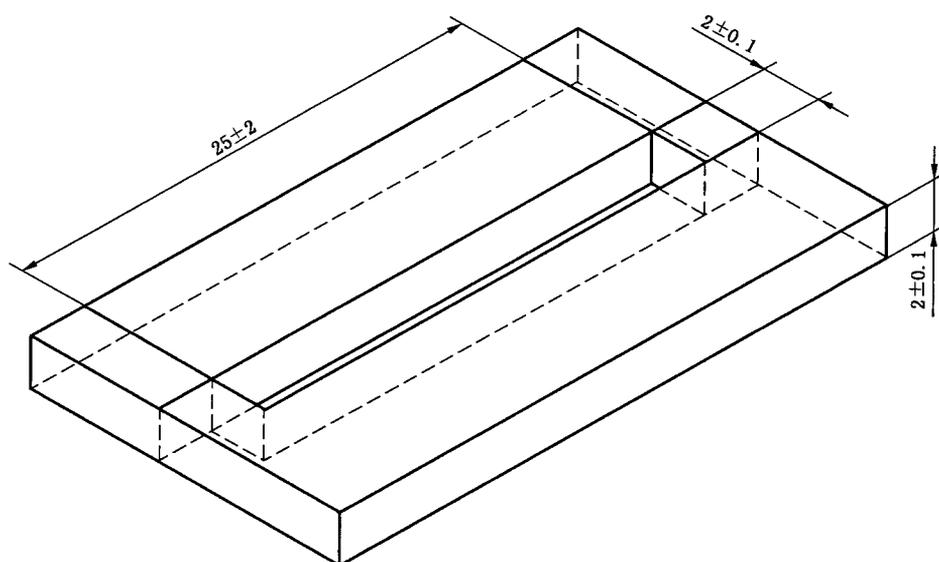


图7 制作挠曲强度试样的模具(7.11)

7.11.1.9 挠曲强度测试设备,正确校准,可提供恒定的加载速度 (0.75 ± 0.25) mm/min 或 (50 ± 16) N/min 的加载速率。

本设备主要由两个中心距为 (20 ± 0.1) mm、彼此平行的圆柱(直径 2 mm)和一个位于上述两圆柱中间与其平行的圆柱(直径 2 mm)组成,三个圆柱能构成对试样的三点加载。

7.11.2 试样的制备

7.11.2.1 I 类材料

将滤纸(7.11.1.5)盖在一个金属板(7.11.1.2)上,再盖上聚酯薄膜(7.11.1.4),然后将模具(7.11.1.1)放在上面。按照生产厂说明书制备材料,并在材料制备后立即尽可能均匀的充填入模具内至材料稍有溢出,防止气泡混入。将第二张聚酯薄膜盖在模具内的材料上,再盖上第二块金属板。

用模具夹(7.11.1.3)压挤 1 min,去除多余的材料。达生产厂家推荐的固化时间时,将上述组件放入 (37 ± 1) °C 的水浴(7.11.1.6)中。于调和开始后 60 min,去掉模具,小心取出试样。肉眼观察试样表面是否有气泡、空隙或其他缺陷。如果所制备的试样有任何异常,应该弃掉该试样而重新制作新的试样。使用 320 目砂纸轻轻去除毛刺。将试样贮存在 (37 ± 1) °C 的水(7.1)中,直至测试(7.11.3)开始。

共制备 5 个试样。

7.11.2.2 II 类和 III 类材料

如 7.11.2.1 所述,将按照生产厂说明书制备的材料填入模具内。II 类 1 组和 III 类材料,用载玻片(7.11.1.2)替代模具上方的金属板,将光源(7.11.1.7)输出窗口对准试样中心并抵着载玻片。按照推荐的曝光时间照射,然后将光源输出窗口向中心位置旁边移动半个输出窗口直径(覆盖前面照射部位半个输出窗口),照射适当时间。然后按上述步骤照射中心位置的另一侧,不断重复上述过程直至试样全长完全按推荐的照射时间被照射。对试样的另一面,重复上述照射步骤。将组件放置在 (37 ± 1) °C 的水浴槽中 15 min。然后,从模具中取出试样并用 320 目砂纸轻轻去除毛刺。将试样贮存在 (37 ± 1) °C 的水(7.1)中直至测试开始(7.11.3)。

对于 II 类 2 组材料,使用生产厂说明书推荐的外部能源[见 8.3 e)]。如果说明书中要求在试样放入外部能源装置之前需用蓝光进行预照射,应按照上述(1 组材料)的有关规定去照射。从模具中小心取出试样并用 320 目砂纸轻轻去除毛刺。然后直接放入外部能源装置中。固化后,从装置中取出试样,贮存在 (37 ± 1) °C 的水(7.1)中直至测试开始(7.11.3)。

若在将试样放入外部能源装置前不需要预照射,则将试样和模具一同放入外部能源装置中进行固化。固化后,从模具中取出试样。并用 320 目砂纸小心轻轻的去掉飞边。将试样贮存于 (37 ± 1) °C 的水(7.1)中至测试(见 7.11.3)开始。

制备 5 个试样。

7.11.3 步骤

从试样中央测量试样的尺寸,精确到 0.01 mm。将试样放置在挠曲强度测试设备上(7.11.1.9)。

调和开始后(I 类材料)或照射后(II 类和 III 类材料)24 h,以 (0.75 ± 0.25) mm/min 的加载速度或 (50 ± 16) N/min 的加载速率对试样加载,直至试样达到屈服点,或者如无屈服点,达到断裂时。

记录试样达到屈服点或断裂点时施加的最大载荷。

对其他 4 个试样重复上述试验。

7.11.4 结果判定

应用式(1)计算挠曲强度:

$$\sigma = \frac{3Fl}{2bh^2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- σ ——挠曲强度,单位为兆帕(MPa);
- F ——施加于试样上的最大载荷,单位为牛(N);
- l ——两支撑圆柱间的距离,单位为毫米(mm),精度为 ± 0.01 mm;
- b ——测试前,从试样中央即刻测量的试样宽度,单位为毫米(mm);
- h ——测试前,从试样中央即刻测量的试样高度,单位为毫米(mm)。

报告如下:

- a) 若至少有 4 个等于或大于表 1 中的限定值,则材料符合 5.2.9 的要求。
- b) 若有 3 个或 3 个以上结果小于表 1 中的限定值,则材料不符合要求。
- c) 若仅有 3 个结果等于或大于表 1 中所述的限定值,应重复整个试验。在第二次试验中,5 个试验结果均等于或大于表 1 中的限定值,则材料符合 5.2.9 的要求。

7.12 吸水值和溶解值

7.12.1 器具

7.12.1.1 模具,内径尺寸为直径(15.0 \pm 0.1)mm、深度(1.0 \pm 0.1)mm,用于制备试样圆片。

开口环形模具或“垫圈”模具是适用的。若制备与金属亲合的材料,参见 7.4。

注:为便于试样从模具中取出,可在环形模具内表面涂布不干扰固化反应的脱模剂,如含 3% 聚乙烯醚蜡的己烷溶液。

7.12.1.2 透明薄膜,能透过照射光,例如(50 \pm 30) μ m 厚的聚酯。

7.12.1.3 两片金属片,其规格尺寸应能够盖住模具的上、下表面。

II类和III类材料,在聚合过程中使用载玻片。

7.12.1.4 两个保干器,装有在 130 °C 中干燥 5 h 的硅胶。每次称量试样后,用重新干燥的硅胶替换原来的硅胶。

7.12.1.5 外部能源(用于 II 类和 III 类材料),生产厂推荐用于材料试验的光源[见 8.3 e)]。

7.12.1.6 恒温箱,温度能保持在(37 \pm 2) $^{\circ}$ C。

7.12.1.7 分析天平,精度为 0.05 mg,满足试验所需量程。

7.12.1.8 千分尺,精度至少为 0.005 mm。

7.12.1.9 模具夹。

7.12.1.10 塑料镊子,为了避免污染试样,试验中全部用镊子夹取试样。

7.12.1.11 手动除尘气球或带喷嘴的无油空气压缩机。

7.12.2 试样制备

7.12.2.1 I 类材料

将一片薄膜(7.12.1.2)盖在一块金属片(7.12.1.3)上,再将模具(7.12.1.1)放在上面。将按照生产厂说明书制备的材料填入模具内至材料稍有溢出。将第二张薄膜盖在模具中的材料上,再盖上第二个金属板,以除去多余的材料。

用模具夹固定模具组件并立即将其放入恒温箱(7.12.1.6)中,保持在(37 \pm 2) $^{\circ}$ C。从调和开始 60 min 时,将试样从模具中取出,注意避免表面污染。修正试样边缘,去除毛刺和不规则物。手持试样,使试样的边缘抵在无旋转的 1 000 目砂纸的表面上,转动试样,修整试样的边缘以去除毛刺。肉眼观察,试样的周边应光滑。用压缩空气喷头或手持除尘气球(7.12.1.11)吹掉碎屑。修整后试样的直径

应 ≥ 14.8 mm。

用同样方法制备 5 个试样。

7.12.2.2 II类和III类材料

如 7.12.2.1 所述,将按照生产厂说明书制备的材料填入模具内。去除多余的材料后,去除金属板,保留薄膜,并换上载玻片。对于 II 类 1 组和 III 类材料,将光源(见 7.12.1.5)的输出窗口抵在载玻片(见 7.12.1.3)上。按照推荐的照射时间,照射试样的某一部分。移动输出窗口,照射另一部分,并使其每次光照与前一次光照部位有部分重叠。继续此操作,直至整个试样均按推荐的时间照射。将模具翻转,去除另一片金属片换上载玻片。以同样的方法对试样的第二个面进行照射。

为了有效地进行重叠照射,需有一个模板。照射次数取决于光源输出窗口的直径。图 8 是模板的示例。

照射后,立即将试样及模具放入恒温箱(7.12.1.6)中,保持在 $(37\pm 2)^\circ\text{C}$ 。在照射开始后 15 min,将试样从模具中取出,并按照 7.12.2.1 所描述的方法修整试样的边缘。

用同样方法制备 5 个试样。

对于 II 类 2 组材料,使用生产厂说明书推荐的外部能源[见 8.3e)]。若说明书中要求试样在放入外部能源装置之前,需进行蓝光预照射,则应按照前面上述规定的步骤进行操作。从模具中取出试样并直接将其放入外部能源装置中。固化后,从外部能源装置中取出试样,并按照 7.12.2.1 所描述的方法修整试样的边缘。

若材料在放入外部能源装置前不需预固化,则材料在模具中固化。固化后,从模具中取出试样,并按照 7.12.2.1 所描述的方法修整试样的边缘。

用同样方法制备 5 个试样。

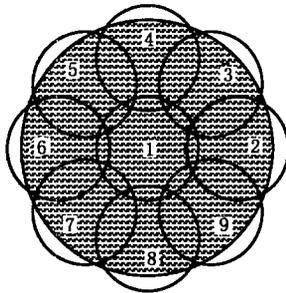


图 8 制备吸水值试样照射区重叠示意图(光源的输出窗口直径是 7 mm)

7.12.3 步骤

7.12.3.1 将试样放入第一个保干器(见 7.12.1.4)中,保持在 $(37\pm 2)^\circ\text{C}$ 。22 h 后取出试样,移入第二个保干器中,在 $(23\pm 1)^\circ\text{C}$ 的温度下,保存 2 h 后称重,精确到 0.1 mg。重复上述步骤直至达到恒定质量 m_1 ,即在 24 h 内,每个试样的质量减少量不大于 0.1 mg。

注:试样达到恒定质量约需 2~3 周。

7.12.3.2 最终干燥后,测量试样两个相互垂直的直径,精确至 0.01 mm,计算平均直径。测量试样中心以及圆周四等分处样品的厚度,精确至 0.01 mm,并求出平均厚度。根据平均直径计算面积,单位为 mm^2 ,再根据平均厚度计算体积 V ,单位为 mm^3 。

7.12.3.3 试样在 $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ 的水(7.1)中浸泡 7 d。使用隔离架以保证试样垂直放置且试样间隙至少为 3 mm。每个试样浸泡用水的体积至少为 10 mL。7d 后取出试样,用水(7.1)冲洗,吸干试样表面的水,至肉眼观察试样表面看不到水渍。在空气中晃动 15 s。试样从水中取出 1 min 后称重,记为 m_2 。

7.12.3.4 称重后,按照 7.12.3.1 所述的方法,在保干器中使试样再次达到恒定质量,记为 m_3 。

7.12.4 结果判定

7.12.4.1 吸水值

用式(2)计算 5 个试样中每个试样的吸水值 W_{sp} , 单位为 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ 。

$$W_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{V} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- m_2 ——试样浸水 7 d 后的质量(见 7.12.3.1), 单位为毫克(mg);
- m_3 ——试样浸水 7 d 后的恒定质量(见 7.12.3.4), 单位为毫克(mg);
- V ——试样体积(见 7.12.3.2), 单位为立方毫米(mm^3)。

7.12.4.2 吸水值试验结果判定

按下述报告吸水值结果:

- a) 若至少有 4 个值小于或等于 $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, 则材料符合 5.2.10 的第一项要求。
- b) 若有 2 个或 2 个以下试样值小于或等于 $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, 则材料不符合要求。
- c) 若有 3 个值小于或等于 $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, 应重复整个试验。若在第二次试验中, 全部结果小于或等于 $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, 则材料符合 5.2.10 的要求。

7.12.4.3 溶解值

用式(3), 计算 5 个试样中每个试样的溶解值 W_{sl} , 单位为 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ 。

$$W_{sl} = \frac{m_1 - m_3}{V} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- m_1 ——浸水前恒定质量(见 7.12.3.1), 单位为毫克(mg);
- m_3 和 V 同 7.12.4.1。

7.12.4.4 溶解值试验结果判定

按下述报告溶解值结果:

- a) 若至少有 4 个值小于或等于 $7.5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, 则材料符合 5.2.10 中第二项要求。
- b) 若有 2 个或 2 个以下试样值小于或等于 $7.5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, 则材料不符合要求。
- c) 若有 3 个值小于或等于 $7.5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, 应重复整个试验。若在第二次试验中, 至少有 4 个值小于或等于 $7.5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, 则材料符合要求。

注: 溶解值的测试与操作技术有关, 因此第二次测试的要求低于本标准其他项目的测试要求。溶解值是表明材料质量的指标。

7.13 照射和吸水后的色调以及颜色稳定性

7.13.1 总则

本试验通过对照射和未照射的试样, 以及浸水和干燥贮存参比试样的比较, 来显示材料在氙灯照射和吸水后的颜色稳定性。按照 ISO 7491 进行此项试验。

7.13.2 器具

7.13.2.1 恒温箱, 温度能够保持在 $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

7.13.2.2 照射光源、水浴槽和其他器具,见 ISO 7491。

7.13.3 试样的制备

I类材料按 7.12.2.1 所述的方法,II类和III类材料按 7.12.2.2 所述的方法,各制备 3 个圆片状试样,但省略对试样边缘修整步骤。

7.13.4 步骤

- 试样 1:从模具中取出后,将一个试样贮存在黑暗、干燥、温度为 $(37\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱(7.13.2.1)中保存 7 d。此试样为参比试样。
- 试样 2:从模具中取出后,将一个试样浸在黑暗的 $(37\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 恒温箱(7.13.2.1)中的水(7.1)内,保存 7 d。此试样用来反映单纯吸水后的颜色变化。
- 试样 3:从模具中取出后,将一个试样放在黑暗、干燥、温度为 $(37\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱(7.13.2.1)中保存 $(24\pm 2)\text{h}$ 。再从恒温箱中取出,用铝箔或锡箔遮住试样的一半。将此试样浸在照射室(7.13.2.2)内的 $(37\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的水中,暴露于照射光源进行照射 24 h。确保水面比试样高 $(10\pm 3)\text{mm}$ 。照射后,去除金属箔,再将试样放回 $(37\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱中,在黑暗、干燥的环境中保存 5 d。

7.13.5 色调的对比

7 d 后,从恒温箱中取出湿试样 2,用吸水纸将其吸干,然后将其颜色和生产厂指定的比色板[8.31]按照 5.3 和 YY/T 0631 进行对比。

7.13.6 颜色稳定性的比较

7 d 后,从恒温箱中取出试样 1 和试样 3。以试样 1 为参比试样,与湿试样 2(见 7.13.5)的颜色比较。

比较试样 3 两个半圆之间的颜色,并与试样 1 的颜色比较。

按照 5.4 和 YY/T 0631 进行各种组合间的颜色比较。

7.14 X 射线阻射性

注:本试验可以使用模拟装置。

7.14.1 模拟设备

7.14.1.1 单相牙科 X 射线机,总滤过量为 1.5 mm 厚的铝板。管电压为 $(65\pm 5)\text{kV}$,并配有适当的附件。

7.14.1.2 牙科 X 光胶片,速度为 D(ISO 3665 中规定),以及显影液和定影液。

7.14.1.3 楔状阶梯铝板,其纯度至少为 98%(质量分数),铜含量小于 0.1%(质量分数),铁含量小于 1.0%(质量分数)。长 50 mm、宽 20 mm,厚度范围 0.5 mm~5.0 mm,阶梯等距间隔为 $(0.5\pm 0.01)\text{mm}$ 。楔状阶梯铝板可自由站立放置。

注:为了使用方便,可根据胶片的大小调整楔状阶梯铝板的尺寸 50 mm×20 mm。

7.14.1.4 铅板,厚度不小于 2 mm。

7.14.1.5 光密度计,能测试 0.5~2.5 的光密度范围。

7.14.1.6 千分尺,精度为 0.005 mm。

7.14.2 试样制备

I类材料试样的制备参照 7.12.2.1,II类和III类材料试样的制备参照 7.12.2.2。省略对试样边缘

的修整步骤。试样圆片厚度为 (1.0 ± 0.1) mm。

7.14.3 模拟设备的测试步骤

将 X 光胶片(7.14.1.2)放在铅板(7.14.1.4)上。再将试样和楔状阶梯铝板(7.14.1.3)放在胶片的中心。

使用管电压 (65 ± 5) kV 的 X 射线,在距胶片 300 mm~400 mm 的距离处,对试样、楔状阶梯铝板和胶片进行照射。照射时间以能使试样和楔状阶梯铝板旁边的胶片的光密度范围在 1.5~2 为宜。

注:最常用的照射时间是 0.3 s 和 0.4 s,电流为 10 mA。

使用千分尺(7.14.1.6)测量试样的厚度 δ_s ,精确到 0.01 mm。

如果试样的厚度在 (1 ± 0.1) mm 范围内,在胶片显影和定影后,用光密度计(7.14.1.5)测量试样和楔状阶梯铝板各台阶影像的光密度。

7.14.4 结果判定

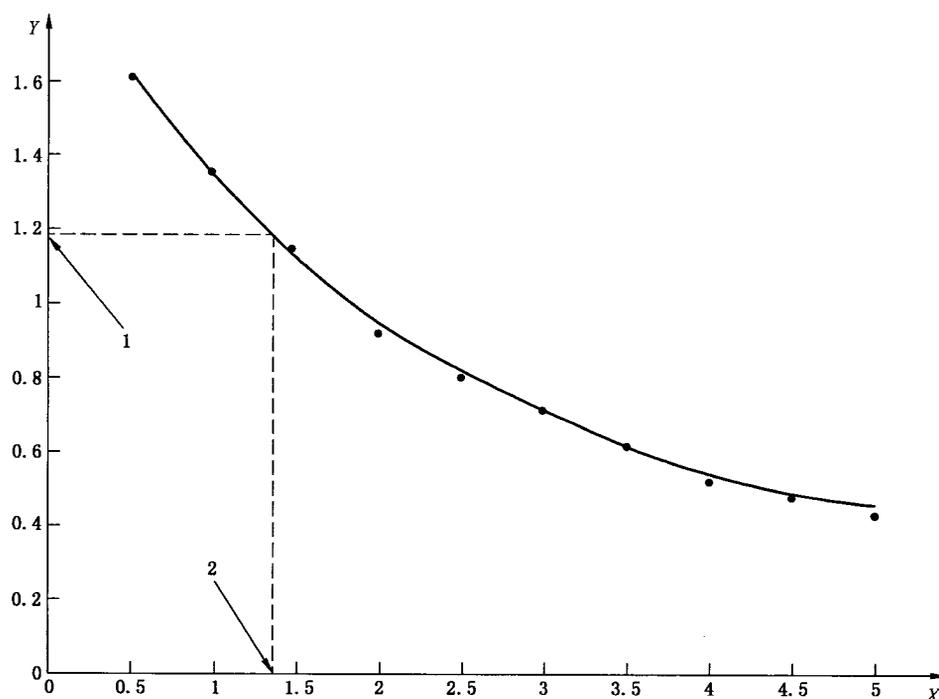
绘出楔状阶梯铝板各台阶的光密度与其厚度相对应的点线图曲线(见图 9,模拟设备)。根据试样厚度为 δ_s 的光密度值,在曲线中可确定相应铝板的厚度 δ_a 。

计算 δ_a/δ_s , 则可得到厚度 1 mm 试样的 X 线阻射值(等效铝板的厚度)。

如果该值大于或等于 1 mm,则材料符合 5.5 的要求。

若生产厂对材料的 X 射线阻射值有特殊声明[见 8.2.3 h)和 8.3 o)],则通过上述方法得出的等效铝板厚度应不低于生产厂声称值的 0.5 mm 以上。

由于射线照射可能会有微小的波动,因此每次试验均应制作光密度与对应楔状阶梯铝板厚度的点线图曲线。



说明:

X —— 铝阶(mm);

Y —— 光密度值;

1 —— 试样光密度值;

2 —— 等效铝板厚度。

图 9 X 线阻射性测定

使用模拟设备测定的光密度值对应楔状阶梯铝板厚度绘制的点线图曲线,以及叠加的样本光密度值。

8 生产厂提供的包装、标志、说明书和信息

注:生产厂可以自行提供或根据相关法律的要求提供更多的信息。

8.1 包装

材料应包装在容器或胶囊中,与材料直接接触的容器或胶囊应对材料有保护作用且对其内容物质量无不良影响。本标准中的容器或胶囊应被认为是材料的内包装。

为了保护容器和胶囊,并使多个容器和胶囊作为一个单独包装,可采用外包装。

8.2 标志

8.2.1 胶囊或一次剂量容器

注:一次剂量容器为内装材料不超过 0.5 mL 的小注射管。

- a) 每个胶囊或一次剂量容器上应有标志,以便所装材料能被识别。
- b) 如果某种材料有多个色调,那么每个胶囊或一次剂量容器上应标明材料的色调或用颜色编码以便识别。
- c) 每个胶囊或一次剂量容器上还应标明产品批号,为一串数字或数字和字母的组合,用来表示生产厂家对该材料批次的记录。

8.2.2 多次剂量容器

注:多次剂量容器,如内装 2 g 材料的注射管。

每个容器上应清晰标明如下信息:

- a) 材料的商品名;
- b) 若提供的为一系列色调的材料,其色调或色调的描述应与生产厂指定的比色板一致;
- c) 批号,由一系列数字或字母与数字的组合构成,用来表示生产厂对该批次材料的记录;
- d) 净质量,单位是克;或净体积,单位是毫升。

8.2.3 外包装

外包装上应清楚标明下列信息:

- a) 生产厂和/或在销售国家的代理商的名称、地址;
- b) 材料的商品名;
- c) 推荐的贮存条件;
- d) 净质量,单位是克;或净体积,单位是毫升;
- e) 材料在生产厂推荐的条件下贮存[见 8.3 i)],失效期(按 GB/T 7408 规定表示);
- f) 使用文字说明或符号标明有害成分;
- g) 若产品是修复材料,应标明“聚合物基修复材料类”或“树脂基修复材料类”。若产品是粘固材料,应标明“聚合物基粘固材料类”或“树脂基粘固材料类”;

另外,在外包装上或生产厂说明书上(见 8.3)或二者均应清楚可见下列信息:

- h) 符合 5.5 要求的材料,应标有“X 射线阻射”字样;如果生产厂声称了特定的 X 射线阻射值,应在生产厂说明书[见 8.3 o)]中标明,并按 7.14 中所述的方法予以测定;
- i) 充填和修复材料,应说明是否适用于牙合面修复;

- j) 应注明材料是化学固化、外部能量激活或双重固化,固化反应是在口腔内和/或口腔外进行;
- k) 如果是粘固材料,生产厂应注明是否具有颜色稳定性要求。

8.3 生产厂产品说明书和给用户的信息

每个产品的包装中应附下述信息和产品描述:

- a) 聚合物基质中的主要有机成分;
- b) 无机填料的粒度分布,以及无机填料所占体积百分比;
- c) 临床使用说明;
- d) 应提供材料制备、调和比例、操作注意事项,若适用,还包括最大调色或混色比例而不影响其物理性能等的说明(也包括测试所需的环境条件);
- e) II类和III类材料推荐使用的能源和照射/操作时间。II类材料在推荐照射条件下,材料的固化深度(根据7.10规定方法测量);
- f) I类和III类材料工作时间和固化时间;若去除成型片时间不同于固化时间,也应标明;
- g) 如果材料可能引起牙髓刺激,推荐使用的垫底和洞衬材料的信息或其他保护措施,还应给出与材料不相容的垫底和洞衬材料的信息(例如含丁香酚的材料);
- h) 推荐的抛光说明;
- i) 推荐的贮存条件(例如,使用冰箱贮存),以及在此条件下的贮存期,即超过此期限,则材料不能使用;参见失效期[8.2.3 e)];
- j) 若材料中含有药理活性成分,则予以声明;
- k) 必要时,给出对于操作者和病人的有关材料的毒性、危险性、可燃性或组织刺激性等特殊说明或警示;
- l) 为了识别充填和修复材料的色调,生产厂应为材料提供比色板或指定商业用的比色板(比色板应能显示出材料吸水饱和时的颜色。粘固材料只有声称有色稳定性时,才适用);

注:当生产厂没有声称颜色稳定性时,生产厂可以给出相关信息,而不违反本标准的规定。

- m) 粘固材料是否具有对金属的化学亲和力;
- n) 材料是否需使用粘接剂以及是否与粘接剂或粘接成分有良好的相容性的信息;
- o) 声明是否有X线阻射性。

若生产厂家声称了特定的X线阻射值,应按照7.14规定进行测试。如果具有X线阻射性的材料中有几种色调的材料不具有X线阻射性,应做出特殊说明。如果材料中某一个或几个色调的材料的X线阻射值为“通用型”色调的X线阻射值的两倍以上,应做出特殊说明,同时生产厂家应定量定性给出该差异。对X线阻射值应做出说明,如铝和牙本质具有等同的X线阻射性。因此,等效1 mm铝板X线阻射性的1 mm材料的X线阻射性与牙本质的X线阻射性相当。

8.4 中文标志

应符合国家法律法规的规定。

参 考 文 献

- [1] YY 0622 牙科树脂基窝沟封闭剂(YY 0622—2008,ISO 6874:1988,IDT)
 - [2] 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(ISO 7405,NEQ)
 - [3] YY 0710 牙科学 聚合物基冠桥材料(YY 0710—2009,ISO 10477:2004,MOD)
 - [4] GB/T 16886.1 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(GB/T 16886.1—2011,ISO 10993-1:2009,IDT)
 - [5] YY 0055.1 牙科 光固化机 第1部分:石英钨卤素灯(YY 0055.1—2009,ISO 10650-1:2004,IDT)
 - [6] YY 0055.2 牙科 光固化机 第2部分:发光二极管(LED)灯(YY 0055.2—2009,ISO 10650-2:2007,IDT)
-

中华人民共和国医药
行业标准
牙科学 聚合物基修复材料
YY 1042—2011

*

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 1.75 字数 48 千字
2013年2月第一版 2013年2月第一次印刷

*

书号: 155066·2-24273 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 1042-2011