



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0270.2—2011/ISO 20795-2:2010

牙科学 基托聚合物 第2部分:正畸基托聚合物

Dentistry—Base polymers—Part 2: Orthodontic base polymers

(ISO 20795-2:2010, 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	2
5 要求	2
5.1 未聚合的材料	2
5.2 聚合材料	2
6 取样	4
7 试样片和试样的制备	4
7.1 试验环境	4
7.2 步骤	5
7.3 专用设备	5
8 试验方法	5
8.1 符合性检查	5
8.2 颜色	5
8.3 抛光性能、无孔隙、极限挠曲强度和挠曲弹性模量	5
8.4 用改良弯曲试验测断裂韧性	8
8.5 残余甲基丙烯酸甲酯单体	11
8.6 增塑剂,若适用	16
8.7 吸水值和溶解值	18
9 标签、标志、包装及说明书的要求	20
9.1 包装	20
9.2 外包装和容器的标志	21
9.3 制造商说明书	21
附录 A (规范性附录) 高压液相色谱法(HPLC)测 MMA 含量	23
参考文献	25

前 言

YY 0270《牙科学 基托聚合物》分为以下两部分：

——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2部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 20795-2:2010《牙科学 基托聚合物 第2部分：正畸基托聚合物》。

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 0270.1—2011 牙科学 基托聚合物 第1部分：义齿基托聚合物(ISO 20795-1:2008, IDT)

——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)提出并归口。

本部分主要起草单位：北京大学口腔医学院口腔医疗器械检验中心。

本部分参与起草单位：四川医疗器械生物材料和制品检验中心(四川大学)。

本部分主要起草人：郑刚、张殿云、徐永祥、林红、王亚宁、邓翔、贺铭鸣、张金。

引 言

多年来,甲基丙烯酸类聚合物材料被广泛应用于制作主动和被动可摘正畸矫治器。这些可摘正畸矫治器主要用于儿童正畸治疗。正畸矫治器中的聚合物部分的制作方法存在一些潜在的问题,受聚合过程和聚合物/单体配比的影响,可摘正畸矫治器中的聚合物部分在性能上要差于利用传统的装盒加热聚合方式制成的义齿基托聚合物。与热固化义齿基托聚合物材料相比,正畸矫治器中的残余单体含量等杂质更多,危害更大。此外,聚合物/单体配比中的高单体含量可能会导致增加聚合物的收缩。

ISO 20795 中并不包含有关生物危害的定性和定量的要求,但是强烈推荐在评估可能的生物学或毒理学危害时,参照 GB/T 16886 和 YY/T 0268。

牙科学 基托聚合物

第2部分:正畸基托聚合物

1 范围

本部分适用于制作主动/被动活动正畸矫治器的正畸基托聚合物和共聚物,并规定了对它们的要求。也规定了判定与这些要求是否符合的试验方法。同时,对随附材料提供的产品包装、标志及使用说明书进行了规定。

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 0270.1—2011 牙科学 基托聚合物 第1部分:义齿基托聚合物(ISO 20795-1:2008, IDT)

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

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)

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,无需加热至温度高于 65 ℃就能完成聚合的材料。

3.2

堆塑技术 **build up technique**

spray on technique

在工作模型上逐渐填加粉和液直至形成所需形状。

3.3

内包装 **immediate container**

直接与(正畸)基托材料接触的容器。

3.4

光固化聚合物 **light activated polymers**

由外部光源,如可见光的能量引发聚合的产品。

3.5

液剂 **liquid**

与聚合物颗粒混合后,能形成可塑性面团状或流动性的树脂混合物的单体液体,用于制作正畸

基托。

3.6

正畸基托 orthodontic base

正畸矫治器的聚合物部分。

3.7

外包装 outer packaging

带有标签的容器,或其内装有其他容器的包装。

3.8

粉剂 powder

与单体液剂混合后,能形成可塑性面团状或流动性的树脂混合物的聚合物颗粒,用于制作正畸基托。

3.9

加工 processing

通过聚合或注塑成型,制作固体正畸基托聚合物板和/或试样的过程。

3.10

热塑性材料 thermaoplastic material

硬质(正畸)聚合物材料通过加热变软使其具有可塑性,冷却后又能回到硬化状态的性质。

4 分类

本部分所指的正畸基托聚合物的分类如下:

I 型:自凝材料;

II 型:光固化材料;

III 型:热塑性材料。

5 要求

5.1 未聚合的材料

5.1.1 液体组分

5.1.1.1 通则

液剂应由与粉剂相匹配的单体材料构成。

5.1.1.2 均一性

肉眼观察(见 8.1.1),液剂中应无沉淀或杂质。

5.1.2 固体组分

肉眼观察(见 8.1.1),固态或半固态组分中应无外来的杂质。

5.2 聚合材料

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 采用制造商推荐的方法和与材料的接触方式加工材料,按照 8.5.2 和 8.6.3 制备的正畸基托试样,应具有光滑、光洁的硬表面(见 8.1.1)。

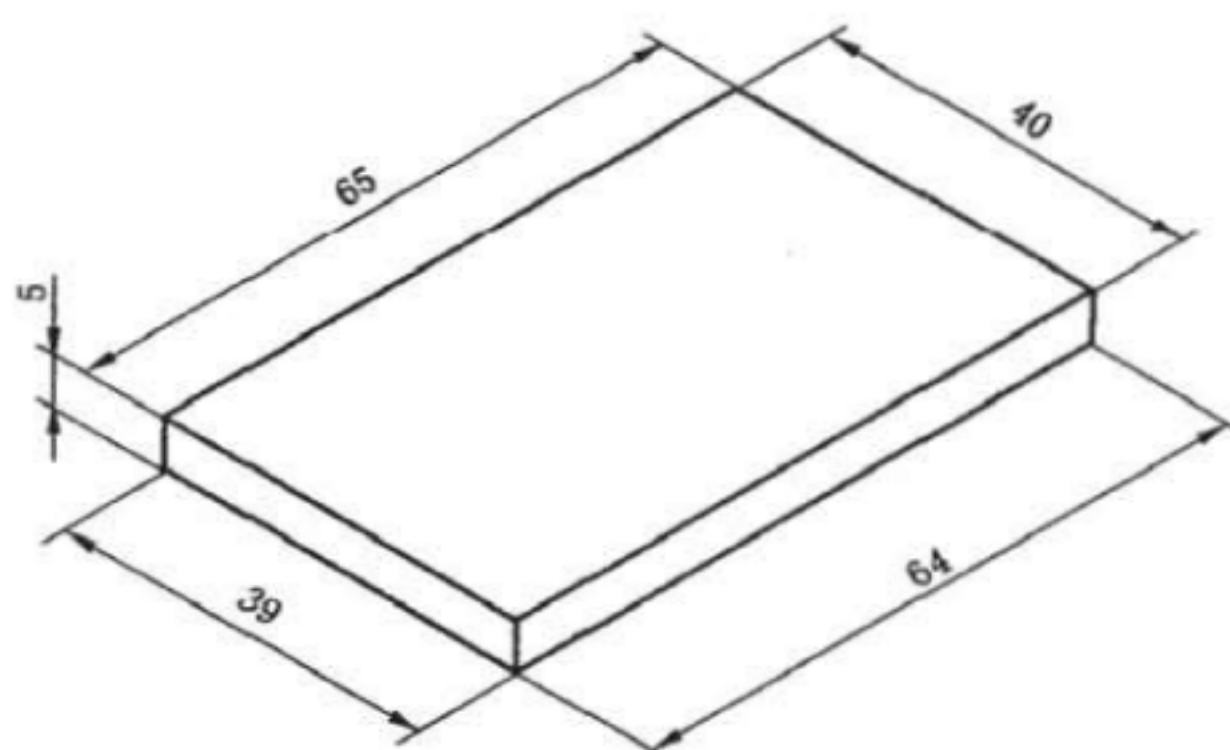
5.2.2.2 甲基丙烯酸甲酯残余单体试样(见 8.5)和吸水及溶解试验的试样(见 8.7),加工后应保持其形状,且无可见变形(见 8.1.1)。

5.2.2.3 按照 8.3.1.4 抛光,试样片表面应平滑、有光泽(见 8.1.1)。

5.2.3 成形性

当按照制造商说明书制备时,所有类型的正畸基托聚合物制备的试样片(见 8.3.1.4),边缘应清晰,尺寸如图 1 所示。

单位为毫米



注: 尺寸允差 ± 1 mm。

图 1 试样片模型(见 8.3.1.2.1)

5.2.4 颜色

按照 8.3.2.3 制备的试样条的颜色,按照 8.1.1 和 8.2 观察比较,应与制造商的描述相符。

着色的正畸基托聚合物色素应分布均匀和(或)着色均匀。

无色的正畸基托聚合物应无色透明。

5.2.5 无孔隙

按照 8.3.2.3 制备试样,肉眼观察(见 8.1.1)应无孔隙。

5.2.6 极限挠曲强度

按照 8.3.2.5 试验,极限挠曲强度应不低于 50 MPa(见表 1)。

5.2.7 挠曲弹性模量

按照 8.3.2.5 试验,加工后的正畸基托聚合物的挠曲弹性模量应至少为 1 500 MPa(见表 1)。

5.2.8 最大应力强度因子

按照 8.4 试验,最大应力强度因子应至少为 $1.1 \text{ MPa m}^{1/2}$ (见表 1)。

5.2.9 总断裂功

按照 8.4 试验,总断裂功应至少为 250 J/m²(见表 1)。

5.2.10 残余甲基丙烯酸甲酯单体

按照 8.5 制备试样并试验,应符合下列规定(见表 1)。

所有三种类型的正畸基托聚合物的残余甲基丙烯酸甲酯单体含量上限(最大值)为 5%(质量分数)。

按照 8.5 试验,残余甲基丙烯酸甲酯单体含量应不大于制造商声称值[见 9.3b)]+0.2%(质量分数)(即测定值不大于制造商声称值与 0.2%之和)。

5.2.11 增塑剂

如果材料中含有可提取出的邻苯二甲酸酯系增塑剂,应按 8.6 试验,鉴别并确定增塑剂的类型及质量百分比含量。其含量不应超过标称值的 10%(即不超过标称值×10%)(见表 1)。

5.2.12 吸水值

按照 8.7 对制备的试样进行试验,聚合物单位体积质量的增加(吸水量)不应超过 32 μg/mm³(见表 1)。

5.2.13 溶解值

按照 8.7 对制备的试样进行试验,聚合物单位体积质量的损失(水溶解性)不应超过 5 μg/mm³(见表 1)。

表 1 5.2.6~5.2.13 中描述的要求汇总

要求	挠曲性能		断裂韧性		残余甲基丙烯酸甲酯单体 质量分数 % 最大	邻苯二甲酸酯 系增塑剂 质量分数 % 最大	吸水值 W _{sp} μg/mm ³ 最大	溶解值 W _d μg/mm ³ 最大
	极限挠 曲强度 σ MPa 最小	挠曲弹 性模量 E MPa 最小	最大应力 强度因子 K _{max} MPa m ^{1/2} 最小	总断 裂功 W _t J/m ² 最小				
所有类型	50	1 500	1.1	250	5	不大于标示 值的 10%*	32	5
* 例如,如果厂家声称邻苯二甲酸酯系增塑剂的质量分数为 5%,则其含量不应大于 5.5%。								

6 取样

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

7 试样片和试样的制备

7.1 试验环境

除本部分或制造商另有特殊规定外,所有试样片和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

除本标准另有规定外,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片和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的材料,应单独混合制备每个试样或试条。

7.3 专用设备

制造商要求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 符合性检查

8.1.1 目测检查

肉眼观察,试样应符合 5.1.1.2 和 5.1.2 的要求。

肉眼观察,试样应符合 5.2.2.1、5.2.2.2 和 5.2.5 的要求,按照 ISO 7491 检查颜色(见 5.2.4)。

肉眼观察,试样片应符合 5.2.2.3 和 5.2.3 的要求。

肉眼观察,应符合第 9 章的要求。

8.1.2 结果表述

报告液剂组分是否合格(见 5.1.1.2)。

报告固态组分是否合格(见 5.1.2)。

报告正畸基托聚合物试样表面是否具有光滑、坚硬、有光泽,是否符合 5.2.2.1 的要求。

报告试样是否保持其形状无变形,是否符合 5.2.2.2 的要求。

报告试样抛光后是否具有平滑、有光泽表面,是否符合 5.2.2.3 的要求。

报告试样是否边缘清晰,是否符合 5.2.3 的要求。

报告材料是否符合包装、标志及使用说明书的规定(见第 9 章)。

8.2 颜色

8.2.1 通则

比较按照 8.3.2.3 制备的试条是否符合 5.2.4 的要求,目测观察(见 8.1.1)其颜色是否符合制造商的描述[见 9.2.1c)和 9.2.2c)]。

8.2.2 结果表述

按照 ISO 7491 检查,报告材料的该项目是否合格(见 5.2.4)。

8.3 抛光性能、无孔隙、极限挠曲强度和挠曲弹性模量

8.3.1 抛光性能

8.3.1.1 材料

8.3.1.1.1 抛光用湿浮石粉:粒径范围约为 10 μm ~20 μm 。

8.3.1.2 器具

8.3.1.2.1 试样片模型:由金属或聚合物制成(见图 1)。

8.3.1.2.2 义齿型盒:能容纳试样片,试样片四角与义齿型盒壁的距离不少于 5 mm。

8.3.1.2.3 加工正畸基托的设备:包括石膏或水胶体包埋材[见 9.3j)]。

8.3.1.2.4 标准金相砂纸:粒径约为 30 μm (P500)。

注:见 ISO 6344-1。

8.3.1.2.5 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。

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

8.3.1.3 阴模制备

1 型和 2 型聚合物,按照制造商说明书的要求将试样片模型(8.3.1.2.1)包埋在义齿型盒(8.3.1.2.2)内,按照制造商说明书制阴模。

8.3.1.4 步骤

按照制造商说明书的规定,使用材料(8.3.1.1)、器具(8.3.1.2)和阴模(见 8.3.1.3),分别用两次调和的材料加工两片试样片。用浮石粉(8.3.1.1.1)和湿平纹细布轮(8.3.1.2.5)以 $(650\pm 350)\text{m/min}$ 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 3 500 r/min,其线速度为 1 100 m/min。

然后,用未缝合的平纹细布轮(8.3.1.2.6)及抛光膏(8.3.1.1.1)抛光。

抛光、清洁后,检查抛光的表面是否符合 5.2.2.3 的要求。

8.3.1.5 合格/不合格判定

若两个试样均符合 5.2.2.3 的要求,则材料的该项目合格。

若两个试样均不符合 5.2.2.3 的要求,则该材料的该项目不合格。

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,则材料的该项目合格。

8.3.1.6 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的该项目是否合格。

8.3.2 无孔隙、极限挠曲强度和挠曲弹性模量

8.3.2.1 材料

8.3.2.1.1 两个试样:按照 8.3.1 制备和试验。

8.3.2.2 器具

8.3.2.2.1 电动锯或其他切割装置,用于试样的分切。

8.3.2.2.2 铣床或其他带气冷却或水冷却的切割设备:能保证在试样切割成形过程中温度不超过 30 $^{\circ}\text{C}$ 。

注:如装配有锋利的硬质合金铣刀头的机器是合适的。

8.3.2.2.3 标准金相砂纸:粒径约 30 μm (P500)、18 μm (P1 000)、15 μm (P1 200)。

注:见 ISO 6344-1。

8.3.2.2.4 螺旋测微计和/或卡尺:精度为 0.01 mm,应能固定在平行底座上。

8.3.2.2.5 水浴:内盛符合 ISO 3696 的 3 级水,温度 $(37\pm 1)^{\circ}\text{C}$,用于试验前调温贮存试条。

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

进行试验机校准时,器具变形所引起的负荷应考虑在内。

8.3.2.2.7 挠曲试验装置:由一个金属制中心加荷杆和两个经抛光的金属支撑圆柱组成。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。设计中,应包括防止试样偏离的措施。

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

8.3.2.3 试样条的制备

制备6个条形试样。将每一个试样片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。用铣床(8.3.2.2.2)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(8.3.2.2.3)对试条各面及各边进行湿磨,使其光滑平整,高和宽达到尺寸要求。用测微计和/或卡尺(8.3.2.2.4)沿试条长轴测三点确定试条高度,精确到 ± 0.01 mm。沿试条长轴的三点高度测量值的偏差不大于 ± 0.02 mm。试条应平整、高度均一。

8.3.2.4 无孔隙

8.3.2.4.1 步骤及判定

按照8.3.2.3制备6个试条,肉眼观察试条表面及内部(若适用)。

若6个试条中至少有5个无孔隙,则材料符合5.2.5的要求。

8.3.2.4.2 结果表述

报告符合要求的试条数量以及材料是否符合5.2.5的要求。

8.3.2.5 极限挠曲强度和挠曲弹性模量

8.3.2.5.1 步骤

将按照8.3.2.3制备并符合5.2.5要求的5个试条[或在重复试验中的6个试条(见8.3.2.5.2.3和8.3.2.5.2.4)],在挠曲强度试验前贮存在 (37 ± 1) °C的水浴(见8.3.2.2.5)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(8.3.2.2.8)的挠曲试验装置(见8.3.2.2.7)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位移速度,使加荷杆从零开始均匀加荷,直至试条断裂。

8.3.2.5.2 计算和结果表述

8.3.2.5.2.1 极限挠曲强度

根据下式计算极限挠曲强度 σ (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);

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)。

8.3.2.5.2.2 挠曲弹性模量

根据下式计算挠曲弹性模量 E (MPa) :

$$E = \frac{F_1 L^3}{4bh^3d}$$

式中:

F_1 ——载荷/挠度曲线的直线(最大斜率)部分中某点的力,单位为牛(N);

注:为提高精度,可将直线延长,取延长线上的点。

d ——加荷力为 F_1 时的挠度,单位为毫米(mm);

L 、 b 和 h ——见 8.3.2.5.2.1。

8.3.2.5.2.3 极限挠曲强度的合格/不合格判定

若 5 个试条中至少有 4 个试条的结果不低于 50 MPa,则认为材料符合 5.2.6 的要求。

若至少有 3 个试条的结果低于 50 MPa,则认为材料的该项目不合格。

若 2 个试条的结果低于 50 MPa,则重新制备 6 个试条重复整个试验。

在第二次试验中,若至少 5 个试条的结果不低于 50 MPa,则材料符合 5.2.6 的要求。

8.3.2.5.2.4 挠曲弹性模量的合格/不合格判定

若第一次试验中,至少有 4 个试条的结果符合 5.2.6 的要求,则按 8.3.2.5.2.2 计算 5 个试条的每个试条的挠曲弹性模量。

若进行了第二次试验,则仅计算此次试验中 6 个试条中 5 个试条的挠曲弹性模量。

若至少有 4 个试条结果不低于 1 500 MPa,则材料符合 5.2.7 的要求。

若至少有 3 个试条结果低于 1 500 MPa,则认为材料的该项目不合格。

若 2 个试条结果低于 1 500 MPa,则重新制备 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 5.2.6 和 5.2.7 的要求。

8.3.2.5.2.5 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 5.2.6 和 5.2.7 要求的试条数量以及该项目是否合格。

8.4 用改良弯曲试验测断裂韧性

8.4.1 材料

8.4.1.1 两个试样条:按照 8.3.1 制备和试验。

8.4.1.2 丙三醇:工业级,作为润滑剂。

8.4.2 器具

8.4.2.1 器具描述见 8.3.2.2.2、8.3.2.2.3、8.3.2.2.4、8.3.2.2.5 和 8.3.2.2.8,以及以下器具。

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

8.4.2.3 夹持装置:含固定夹具的夹持装置。在制备预制缺口和在用尖锐的刀刃进行切割过程中,用于夹持定位试样片。

8.4.2.4 锋利的刀片:如手术刀、剃须刀或有直刃的工艺刀。

8.4.2.5 带有测微计的光学显微镜:测量缺口总长度(预制缺口和细尖锐口的总量,单位 mm)。

8.4.2.6 水浴:调节试条温度在 $(23\pm1)^{\circ}\text{C}$ 。

8.4.2.7 洁净干燥的毛巾。

8.4.2.8 挠曲试验装置:见 8.3.2.2.7,但跨距 l_1 为 $(32.0\pm0.1)\text{mm}$ (见 8.4.4.1)。

8.4.2.9 试验机:经校准能提供恒定位移速度为 $(1.0\pm0.2)\text{mm/min}$,并带有测量精度为 0.025 mm 的试样挠度测量装置。

应能记录载荷/挠度曲线并能计算曲线下完整面积。

校准试验机时,应考虑所有因装置偏移产生的载荷作用。

8.4.3 步骤

在固化周期开始前至少 24 h,湿磨或在铣床(8.3.2.2.2)上加工试样片(8.4.1.1),均等地对试样片的两个表面进行加工,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(8.4.2.2)将试样片纵向等分切割成宽约 8 mm 的试条,使试条同最终试验用试条相比尺寸略大一些。用粒径为 $18\text{ }\mu\text{m}$ (P1 000)和 $15\text{ }\mu\text{m}$ (P1 200)的金相砂纸(8.3.2.2.3)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 $h_1(8.0\pm0.2)\text{mm}$ 和宽 $b_1(4.0\pm0.2)\text{mm}$ 。

将试条沿长度方向固定到夹持装置(8.4.2.3)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(8.4.2.2)沿着标记的中心线切一个预制缺口,加工深度为 $(3.0\pm0.2)\text{mm}$ 。

用夹子或夹持装置(8.4.2.3)依次加一个试条,防止其能用手或机械力移动。将 1 滴丙三醇(8.4.1.2)湿润预制缺口。将锋利的刀刃(8.4.2.4)置于预制缺口的底部,用手或机械施压,做往复滑动运动切割细尖切口。

细尖锐口的深度范围在 $100\text{ }\mu\text{m}\sim400\text{ }\mu\text{m}$ 是足够的。用光学显微镜(8.4.2.5)检查缺口的深度。

建议在预试验样条上试验切割步骤,不要试图增加细尖锐口的深度。细尖锐口的位置设置见图 2a)。用螺旋测微计(8.3.2.4)测量试样条的宽 b_1 、高 h_1 。见图 2b)。

将 10 个符合切口要求的试条置于盛有水的容器(8.3.2.5)中,在 $(37\pm1)^{\circ}\text{C}$ 条件下保存 $7\text{ d}\pm2\text{ h}$ 。试验前试条再放在另一个盛有水的容器(8.4.2.6)中,在 $(23\pm1)^{\circ}\text{C}$ 条件下储存 $(60\pm15)\text{min}$ 。

经过上述条件后,从水里取出一个试条,用干净的毛巾(8.4.2.7)擦干水分。将试条放在挠曲试验装置(8.4.2.8)支撑架上。试条的细尖切口正好背对加荷杆[见图 2b)]。确认细尖切口在支撑架的正中央。

试验机(8.4.2.9)的加荷杆以 $(1.0\pm0.2)\text{mm/min}$ 的恒定位移,从零开始逐渐加力,直到经过最大压力,试条的缺口几乎扩展到试条的对侧。当载荷减少到最大负荷的 5%或低于 $(1.0\pm0.2)\text{N}$ 时,可认为试验结束。

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(8.4.2.5)测量紧邻断裂面的预制缺口包括细尖锐口的深度,图 2 中的 a 。

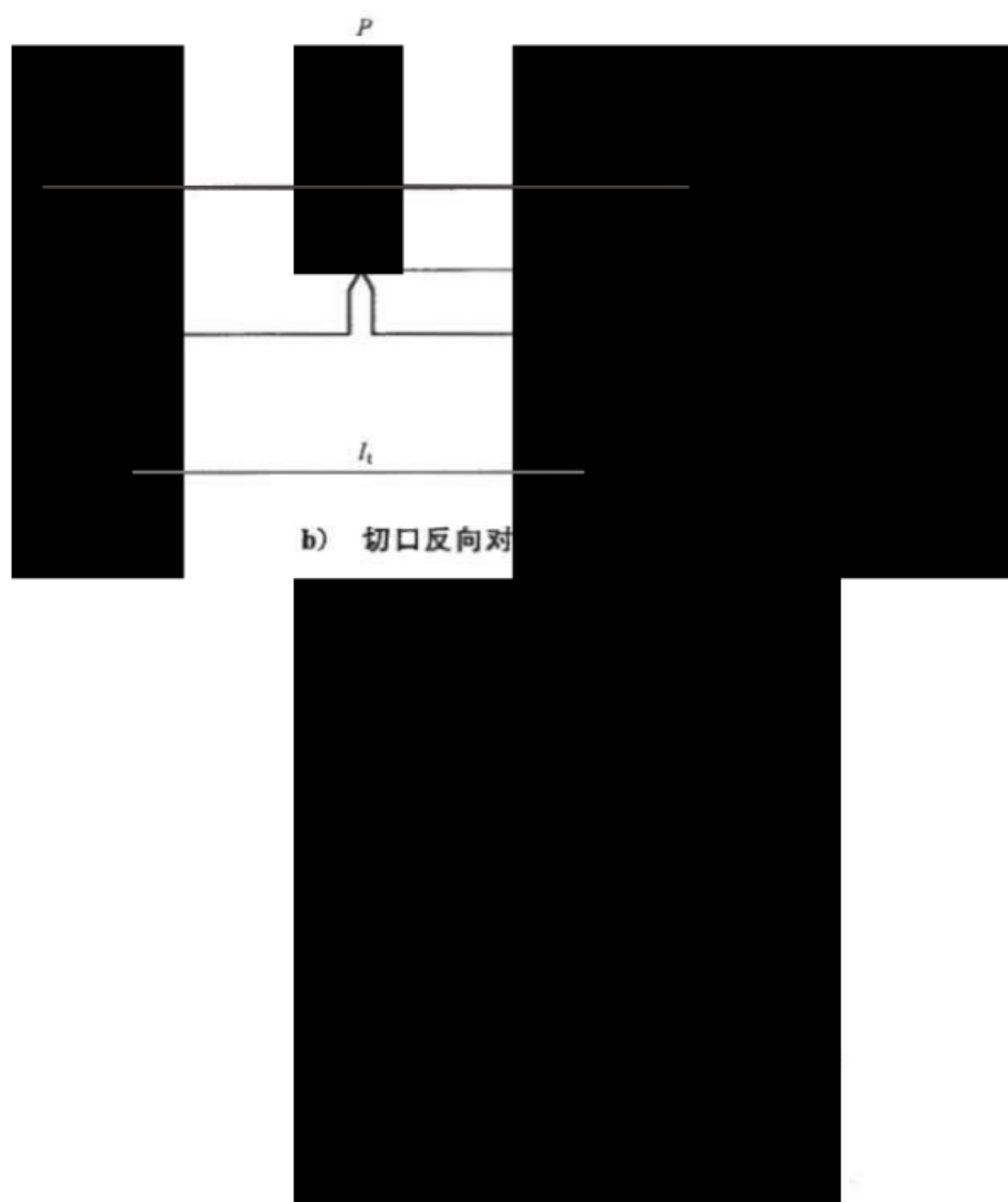
注:在冲击韧性试验前,可以用墨水浸入试样细尖切口并等其干燥,有助于确认完整切口区域。

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 3)。



a) 切口分布

图 2 断裂韧性试验



说明:

1——断裂面。

图 3 紧邻断裂面的缺口总长度的测量

8.4.4 计算和结果表述

8.4.4.1 尺寸

预制缺口 $a' = (3.0 \pm 0.2) \text{ mm}$

缺口总长度 a (比 a' 长 $0.1 \text{ mm} \sim 0.4 \text{ mm}$)

宽 $b_i = (4.0 \pm 0.2) \text{ mm}$

高 $h_i = (8.0 \pm 0.2) \text{ mm}$

跨距 $l_i = (32.0 \pm 0.1) \text{ mm}$

8.4.4.2 最大应力强度因子的计算

按下式计算最大应力强度因子 $K_{\max}$:

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

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:

$$x = a/h_t;$$

$P_{\max}$ ——施加试样上的最大载荷,单位为牛(N);

a, b_t, h_t 和 l_t ——见 8.4.4.1,单位为毫米(mm)。

8.4.4.3 总断裂功的计算

注: 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/挠度曲线下的完整面积得到。

断裂功由载荷/挠度曲线完整面积计算而得。

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

式中:

U ——通过下式给出的负荷/挠度曲线记录的完整面积;

$$U = \int P d\Delta, \text{ 单位为牛毫米(N} \cdot \text{mm)};$$

其中:

Δ ——测量到的载荷 P 下的挠度;

a, b_t 和 h_t 见 8.4.4.1,单位为毫米(mm)。

8.4.4.4 最大应力强度因子的合格/不合格判定

若 10 个试样中至少有 8 个结果不低于 $1.1 \text{ MPa m}^{1/2}$, 则材料符合 5.2.8 的要求。

若至少有 6 个结果低于 $1.1 \text{ MPa m}^{1/2}$, 则认为材料不合格。

若有 3 个、4 个或 5 个结果低于 $1.1 \text{ MPa m}^{1/2}$, 则重新制备 12 个试条重复整个试验。

在第二次试验中, 若 12 个结果中至少 10 个结果不低于 $1.1 \text{ MPa m}^{1/2}$, 则材料符合 5.2.8 的要求。

8.4.4.5 总断裂功的合格/不合格判定

若 10 个试样中至少有 8 个结果不低于 250 J/m^2 , 则材料符合 5.2.9 的要求。

若至少有 6 个结果低于 250 J/m^2 , 则认为材料的该项目不合格。

若有 3 个、4 个或 5 个结果低于 250 J/m^2 , 则重新制备 12 个试条重复整个试验。

在第二次试验中, 若 12 个结果中至少 10 个结果不低于 250 J/m^2 , 则材料符合 5.2.9 的要求。

8.4.4.6 结果表述

记录所评价的试条数量、所有最大应力强度因子 $K_{\max}$ 和总断裂功 W_t 的结果、符合 5.2.8 和 5.2.9 要求的试样数量, 以及材料的该项目是否合格。

8.5 残余甲基丙烯酸甲酯单体

8.5.1 原理

用溶剂萃取聚合的正畸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。

8.5.2 试样制备

8.5.2.1 材料

8.5.2.1.1 聚酯薄膜:厚 $(50\pm 25)\mu\text{m}$,覆盖不锈钢模具(8.5.2.2.1)。

8.5.2.2 器具

8.5.2.2.1 环形不锈钢模具:直径为50 mm,深 $(3.0\pm 0.1)\text{mm}$ 并附有平盖。

YY 0270.1—2011 中图2相似的模具(稍浅)。模具被石膏包埋在对开的义齿型盒中。

8.5.2.2.2 模具和/或设备:由制造商推荐,制备的试样尺寸应符合8.5.2.2.1规定。

8.5.2.2.3 标准金相砂纸:粒径约为 $30\mu\text{m}$ (P500)和 $15\mu\text{m}$ (P1 200)。见8.3.1.2.4注。

8.5.2.2.4 螺旋测微计:精度 0.01mm 。

8.5.2.2.5 百分表或游标卡尺:精度 0.01mm ,并能固定在平行底座上。

8.5.2.3 步骤

从三次分别混合的材料中制备三个试片。调和树脂并将调和物装入模具(8.5.2.2.1或8.5.2.2.2)中,盖上包覆聚酯薄膜(8.5.2.1.1)的模具盖。按制造商说明书加工材料,但在加工过程中,带着聚酯薄膜。研磨前,将试片在黑暗的试验环境中(见7.1)贮存 $(24\pm 5)\text{h}$ 。用金相砂纸(8.5.2.2.3)对试片两面轮流进行等量(约 0.5mm)湿磨。再用粒径为 $15\mu\text{m}$ 的金相砂纸对周边研磨至整个周边光滑。用螺旋测微计和/或卡尺(8.5.2.2.4或8.5.2.2.5)检查,确保试样直径为 $(50\pm 1)\text{mm}$,厚 $(2.0\pm 0.1)\text{mm}$,上下表面平坦。用粒径为 $15\mu\text{m}$ 的金相砂纸对周边研磨至整个周边光滑。研磨时避免磨擦热引起单体损失和解聚。不用放大镜,肉眼检查试样。如果试片仅有极少的孔隙,即得到3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 $(24\pm 1)\text{h}$ 。

8.5.3 单体的萃取

8.5.3.1 试剂

8.5.3.1.1 氢醌(HQ)。

8.5.3.1.2 丙酮:分析纯或色谱纯。

8.5.3.1.3 甲醇(CH_3OH):分析纯或色谱纯。

8.5.3.1.4 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。

如果制造商声明产品中含有增塑剂,则还需附加内标,其色谱峰不能干扰样品溶液的任何峰值。

8.5.3.2 器具

实验室常规器具以及下列器具。

8.5.3.2.1 可封闭的玻璃容量瓶:容量为5 mL、10 mL及1 L。

8.5.3.2.2 分析天平:精度为 0.1mg 或更高。

8.5.3.2.3 磁力搅拌器:带有聚四氟乙烯涂层的搅拌子。

8.5.3.2.4 移液管:容量为 $100\mu\text{L}$ 、 2mL 。

8.5.3.2.5 玻璃吸管。

8.5.3.2.6 可封闭的玻璃离心管。

8.5.3.2.7 离心机:能在 $3\,000 \times g_n \text{ m/s}^2$ 下离心。

8.5.3.2.8 可封闭的玻璃管。

8.5.3.3 溶液制备

8.5.3.3.1 丙酮溶液(A)

称取约 0.02 g 氢醌(8.5.3.1.1)于 1 L 的玻璃容量瓶(8.5.3.2.1)中,加入丙酮(8.5.3.1.2)使其总体积为 1 L。

8.5.3.3.2 甲醇溶液(B)

称取约 0.02 g 氢醌(8.5.3.1.1)于 1 L 的玻璃容量瓶(8.5.3.2.1)中。加入甲醇(8.5.3.1.3)使其总体积为 1 L。

8.5.3.3.3 甲醇/丙酮溶液(C)

将 1 份体积 A 液(8.5.3.3.1)和 4 份体积 B 液(8.5.3.3.2)混合。

8.5.3.3.4 内标(I.S.)溶液

为了得到内标峰,即浓度处于 MMA 定量用校正曲线的中部的色谱峰,需称取约 350 mg 内标(8.5.3.1.4)置于 10 mL 玻璃容量瓶(8.5.3.2.1)中。

注:如果制造商声明产品中含有增塑剂[见 9.3d)],则还需附加内标。该附加内标的质量取决于制造商标称的增塑剂的质量分数。

加入甲醇溶液(B)(8.5.3.3.2)至 10 mL 刻度。10 mL 量足以满足内标溶液做追加分析用。在最终溶液中,内标(MMA 定量用)含量约为拟经丙酮溶液(A)(8.5.3.3.1)和甲醇溶液(B)(8.5.3.3.2)处理的试片量(例如 650 mg)的 3% 质量分数。

8.5.3.3.5 样品溶液

每个试片分析三个样品溶液,即一共分析 9 个样品溶液。

将每个试片(8.5.2)破碎,使碎片能通过 10 mL 玻璃容量瓶(8.5.3.2.1)的颈部。每个可封闭玻璃容量瓶中放入约 650 mg 试样碎片。分别用分析天平(8.5.3.2.2)称重,并记录每个样品溶液中样品的重量。

每个可封闭玻璃容量瓶中加入丙酮溶液(A)(8.5.3.3.1)使总体积为 10 mL。放入清洁的用 PTFE 包覆的磁力搅拌子,确保瓶口密封,室温下磁力搅拌(8.5.3.2.3)(72 ± 2)h。

注:如果该溶液的粘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(8.5.3.2.4)分别吸取 2 mL 前面制备的各样品溶液到另外的各个 10 mL 可封闭玻璃容量瓶中。

之后在每个玻璃容量瓶中加入 100 μL 内标溶液(8.5.3.3.4)。加入甲醇溶液(B)(8.5.3.3.2)至总体积达到 10 mL。

另取玻璃吸管(8.5.3.2.5)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(8.5.3.2.6)中。

在离心机(8.5.3.2.7)中离心浆液,以 $3\,000 \times g_n (\text{m/s}^2)$ 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(8.5.3.2.8)中。

取部分离心剩余的溶液置于一个试管中,再加入一定量的甲醇,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可封闭玻璃管时,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)或其他等效的色谱方法(见 8.5.1)测定残余单体含量。

8.5.4 气相色谱法

8.5.4.1 试剂

8.5.4.1.1 甲基丙烯酸甲酯(MMA):气相色谱纯大于 99%。

8.5.4.2 器具

8.5.4.2.1 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)、火焰离子检测器(或其他等效检测器)和记录系统。

8.5.4.2.2 微量注射器:容量 0.1 μL ~5 μL 。

8.5.4.3 气相色谱用校准溶液的制备

至少制备 5 个校准溶液,其中 MMA(8.5.4.1.1)的浓度为试样量的 0.1%~6%(质量分数)。制备 MMA 校准溶液,称取约 6 mg、60 mg、150 mg、300 mg 和 400 mg 的 MMA(8.5.4.1.1),分别放置于 5 mL 刻度玻璃容量瓶(8.5.3.2.1)中,加溶液 C(8.5.3.3.3)至总体积为 5 mL。分别移取每一校准溶液 100 μL 至另外的各个 10 mL 玻璃容量瓶(8.5.3.2.1)中,再加入 100 μL 内标溶液(8.5.3.3.4),加溶液 C(8.5.3.3.3)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 $\mu\text{g/mL}$ 。

如果样品溶液中 MMA 含量(见 8.5.3.3.5)不在 MMA 校准溶液曲线(见 8.5.5.1.1)极限浓度范围内,应增加校准点。

8.5.4.4 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 $^{\circ}\text{C}$,恒温;
- d) 进样器温度:200 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 检测器温度:200 $^{\circ}\text{C}$;
- f) 载气:气相色谱用氮气,流速约 1.3 mL/min;
- g) 可燃气体:气相色谱用氢气和空气。

8.5.4.5 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 8.5.3.3.5 制备)或校准溶液(按 8.5.4.3 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。

8.5.4.6 气相色谱峰的评价

确定 MMA 和内标溶液的保留时间,至少确定它们的相互关系。确切的保留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 及内标溶液的峰面积或峰高由记录仪和积分仪测定。

8.5.5 结果的计算及表述

8.5.5.1 用校准曲线计算结果

8.5.5.1.1 校准曲线的绘制

通过绘制校准溶液中甲基丙烯酸甲酯和内标的峰面积(或峰高)的比值相对于相应的甲基丙烯酸甲酯浓度($\mu\text{g/mL}$)的点线图绘制校准曲线图:

$$\eta' = \frac{A'_{\text{MMA}}}{A'_{\text{IS}}}$$

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'_{IS} ——校准溶液中内标(8.5.3.1.4)的峰面积(或峰高)。

8.5.5.1.2 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。

8.5.5.1.3 甲基丙烯酸甲酯含量的测定

用下列相对比值测定样品溶液中 MMA 浓度:

$$\eta = \frac{A_{\text{MMA}}}{A_{\text{IS}}}$$

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_{IS} ——样品溶液中内标(如正戊醇)的峰面积(或峰高)。

采用校准曲线确定被分析样品溶液中的 MMA 浓度(c_{MMA}),单位为克每毫升(g/mL)。

样品溶液中 MMA 的总量, m_{MMA} (μg),按下式计算:

$$m_{\text{MMA}} = \left(c_{\text{MMA}} \times \frac{10}{2} \times 10 \right)$$

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 内标溶液的密闭刻度玻璃容

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。

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

式中:

m_{SAMPLE} ——试样质量,单位为毫克(mg)。

8.5.5.2 合格/不合格的判定

若至少有 7 个样品溶液的结果符合 5.2.10 的要求,则材料合格。

若有 4 个或少于 4 个样品液体的结果符合 5.2.10 的要求,则材料不合格。

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 5.2.10 的要求,则材料合格。

8.5.5.3 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该材料是否合格。

8.6 增塑剂,若适用

8.6.1 原理

用溶剂萃取聚合的正畸基托材料中的邻苯二甲酸酯系增塑剂,进行色谱分析。

可以采用气相色谱法(GC)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。

8.6.2 通则

制造商应清楚地表明并标识聚合材料中含有的邻苯二甲酸酯[见 9.3d)]。

8.6.3 试样的制备

见 8.5.2。

8.6.4 增塑剂的萃取

见 8.5.3。

8.6.4.1 试剂

见 8.5.3.1 以及下列试剂。

8.6.4.1.1 邻苯二甲酸酯增塑剂:由制造商指定。

8.6.4.1.2 内标:分析纯,其色谱峰不能与样品溶液的其他任何峰相互干扰,且适用于增塑剂的定量测定。

8.6.4.2 器具

见 8.5.3.2。

8.6.4.3 溶液制备

用 8.5.3.3 描述的试剂制备丙酮溶液(A)、甲醇溶液(B)和甲醇/丙酮溶液(C),以及下列溶液。

8.6.4.3.1 内标(I.S.)溶液

洗脱的内标峰最好接近增塑剂的峰值。

如果 8.5.3.3.4 中没有附加内标溶液,则制备适用于测定正畸基托聚合物增塑剂含量的内标溶液。

8.6.4.3.2 样品溶液

按照 8.5.3.3.5 制备样品溶液,加入样品溶液的内标溶液应适于测定增塑剂的含量。

按照 8.5.3.3.5 制备的用于残余单体定量测定的溶液中,可加入附加内标溶液,可以同时测定残余单体含量和增塑剂含量。

8.6.5 气相色谱法

8.6.5.1 试剂

8.6.5.1.1 邻苯二甲酸酯增塑剂:由制造商指定[见 9.3d)],色谱纯大于 99%。

8.6.5.2 器具

见 8.5.4.2。

8.6.5.3 气相色谱用校准溶液的制备

至少制备 5 个标准溶液，其增塑剂的浓度应适于样品溶液的定量。制备增塑剂的校准溶液，分别称重增塑剂，并分别放置于 5 mL 刻度玻璃容量瓶(8.5.3.2.1)中，加溶液 C(8.5.3.3.3)至 5 mL 满刻度。吸取每一个校准溶液 100 μ L，分别加入到每个 10 mL 刻度容量瓶(8.5.3.2.1)中，再加入 100 μ L 内标溶液(8.6.4.3.1)和溶液 C(8.5.3.3.3)直至总体积达到 10 mL。

记录每个校准溶液中的增塑剂质量，计算其最终浓度，单位为微克每毫升(μ g/mL)。

如果样品溶液(8.6.4.3.2)中增塑剂的含量不在校准溶液曲线(8.6.6.1.1)增塑剂极限浓度范围内，应增加校准点。

8.6.5.4 气相色谱装置、气体和操作条件

见 8.5.4.4。

可改变条件以适于增塑剂含量的测定。

在恒温下洗脱 MMA 和内标溶液(用于 MMA 定量)，然后升高柱温至适于测定增塑剂含量的温度。在该温度下，增塑剂和内标溶液(用于增塑剂定量)应被洗脱。

8.6.5.5 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，注入适量体积的样品溶液(按 8.6.4.3.2 制备)或校准溶液(按 8.6.6.3 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。操作色谱仪直至所有成分都完全洗脱为止。

需采用不同柱温条件，以确保样品溶液中增塑剂的定量测定准确，并保证所有组分都能得到分离。

8.6.5.6 气相色谱峰的评价

用色谱法确认样本溶液中存在增塑剂。确定所选择的增塑剂和内标的保留时间，至少确定它们的相互关系。增塑剂及内标的峰面积及峰高由记录仪和积分仪测定。

8.6.6 结果的计算及表述

8.6.6.1 用校准曲线计算结果

8.6.6.1.1 校准曲线的绘制

通过峰面积(或峰高)与浓度的比值绘制每种增塑剂的校准曲线图：

$$\frac{A'_{\text{plasticizer}}}{A'_{\text{IS}}}$$

式中：

$A'_{\text{plasticizer}}$ ——校准溶液中增塑剂的峰面积(或峰高)；

A'_{IS} ——校准溶液中内标(8.6.4.1.2)的峰面积(或峰高)。

8.6.6.1.2 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。

8.6.6.1.3 增塑剂含量的测定

用相对比值测定增塑剂含量:

$$\frac{A_{\text{plasticizer}}}{A_{\text{I.S.}}}$$

式中:

$A_{\text{plasticizer}}$ ——样品溶液中增塑剂的峰面积(或峰高);

$A_{\text{I.S.}}$ ——样品溶液中内标(8.6.4.1.2)的峰面积(或峰高)。

采用校准曲线测定被分析样品溶液中每种增塑剂含量($c_{\text{plasticizer}}$),单位为克每毫升(g/mL)。

样品溶液中每种增塑剂的总量, $m_{\text{plasticizer}}$ (μg),按下式计算:

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

注1: $\frac{10}{2}$ 为使溶解后的聚合物沉淀,将甲醇溶液(B)加入到2 mL样品溶液及含100 μL 内标溶液(也可加入100 μL 附加内标溶液)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,聚合物仍未能完全沉淀,应改变此稀释比。

注2: 10为原始样品溶液体积,为10 mL。

样品溶液中各种邻苯二甲酸酯增塑剂质量相加除以每个样品初始质量。

每个样品邻苯二甲酸酯增塑剂质量分数百分比为:

$$\text{增塑剂(质量分数)} = \frac{m_{\text{TPC}}}{m_{\text{SAMPLE}}} \times 100\%$$

式中:

m_{TPC} ——邻苯二甲酸酯增塑剂总量,单位单位为微克(μg)。

m_{SAMPLE} ——样品质量,单位为毫克(mg)。

8.6.6.2 合格/不合格判定

若至少有7个样品溶液的结果符合5.2.11的要求,则材料的该项目合格。

若有4个或少于4个样品液体的结果符合5.2.11的要求,则材料的该项目不合格。

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。第二次试验中至少有8个样品溶液的结果符合5.2.11的要求,则材料的该项目合格。

8.6.6.3 结果表述

报告所评价的样品溶液数量、提取的邻苯二甲酸酯增塑剂总含量的所有结果及该材料的该项目是否合格。

8.7 吸水值和溶解值

8.7.1 材料

8.7.1.1 聚酯膜:厚(50 ± 25) μm ,用于覆盖金属模具(8.7.2.1)。

8.7.1.2 硅胶:在(130 ± 5) $^{\circ}\text{C}$ 新鲜干燥(300 ± 10)min。

8.7.1.3 水:符合ISO 3696的二级水。

8.7.2 器具

8.7.2.1 环形不锈钢模具和盖子:尺寸如YY 0270.1—2011中图2所示,模具包埋在对开的义齿型盒内的石膏中。

- 8.7.2.2 液压或手动压力夹具:若适用。
- 8.7.2.3 螺旋测微计:精度为 0.01 mm。
- 8.7.2.4 数显卡尺或游标卡尺:精度为 0.01 mm。
- 8.7.2.5 支架:保持试样平行和能被分开。
- 8.7.2.6 两个保干器。
- 8.7.2.7 烤箱:恒温(37 ± 1 °C)。
- 8.7.2.8 分析天平:精度为 0.1 mg 或更高。
- 8.7.2.9 水浴箱:可以保持恒温。若适用。
- 8.7.2.10 镊子:带聚合物涂层。
- 8.7.2.11 清洁干燥的毛巾。
- 8.7.2.12 计时器:精度 1 s。

8.7.3 试样制备

从分别混合的材料中制备 5 个试样。将树脂混合后装入模具(8.7.2.1)中,并盖上覆盖聚酯膜(8.7.1.1)的盖子。根据制造商的说明进行加工处理,在加工处理过程中保留聚酯膜。

用螺旋测微计或游标卡尺(8.7.2.3 或 8.7.2.4)测量,确保每个试样的直径为(50 ± 1)mm,厚度为(0.5 ± 0.1)mm,且上下表面平整。

8.7.4 步骤

8.7.4.1 试样的恒定

将试样放在装有新鲜干燥过的硅胶(8.7.1.2)的一个保干器(8.7.2.6)内的支架(8.7.2.5)上。再将保干器放在(37 ± 1)°C 的恒温箱(8.7.2.7)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的硅胶的保干器中。此第二个保干器应保存在(23 ± 2)°C 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(8.7.2.8)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,用新鲜干燥的硅胶置换第一个保干器中的硅胶,试样连同支架一起放入在恒温箱中的该保干器内。

重复上述步骤,直至试样质量达到恒定,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。

8.7.4.2 试样的浸水

将恒定的试样浸入(37 ± 1)°C 的水(8.7.1.3)中贮存 $7 \text{ d} \pm 2 \text{ h}$ 。然后用带有聚合物涂层的镊子(8.7.2.10)将试样从水中取出,用清洁干燥的毛巾(8.7.2.11)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 (称为“试样浸水后的质量”)。

8.7.4.3 试样的再恒定

试样称重后,再按照 8.7.4.1 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 8.7.4.1),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。

8.7.5 计算和结果表述

8.7.5.1 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($\mu\text{g}/\text{mm}^3$):

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

式中:

m_2 ——试样浸水后的质量(见 8.7.4.2),单位为微克(μg);

m_3 ——试样再恒定质量(见 8.7.4.3),单位为微克(μg);

V ——试样体积(见 8.7.4.1),单位为立方毫米(mm^3)。

采用四舍五入计算吸水值,精确到 $1 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ 。

8.7.5.2 溶解值

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

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

式中:

m_1 ——试样的恒定质量(见 8.7.4.1),单位为微克(μg);

m_3 、 V 同 8.7.5.1。

采用四舍五入计算溶解值,精确到 $0.1 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ 。

8.7.5.3 吸水值的合格/不合格判定

若至少 4 个试样的吸水值符合 5.2.12 要求,则材料的该项目合格。

若至少有 3 个试样的吸水值不符合 5.2.12 要求,则材料的该项目不合格。

若仅有 3 个试样吸水值符合 5.2.12 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 个试样吸水值符合 5.2.12 要求,则材料的该项目合格。

8.7.5.4 溶解值的合格/不合格判定

若至少 4 个试样的溶解值符合 5.2.13 要求,则材料的该项目合格。

若至少有 3 个试样的溶解值不符合 5.2.13 要求,则材料的该项目不合格。

若仅有 3 个试样溶解值符合 5.2.13 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 个试样的溶解值符合 5.2.13 要求,则材料的该项目合格。

8.7.5.5 结果表述

报告所评价的试样数量、所有吸水值和溶解值结果、符合 5.2.12 和 5.2.13 的试样数量以及材料的该项目是否合格。

9 标签、标志、包装及说明书的要求

9.1 包装

材料应封装在合适的密封容器内,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。在零售产品的外包装内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) 材料的产品商标名或商品名；
- b) 制造商和/或销售国的代理商名称和地址；
- c) 以准确的语言描述材料的类别、颜色及用途；
- d) 按照 ISO 8601 要求注明“失效日期”(年和月)；
- 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) 有关液体易燃性或闪点的警示；
- h) 有关毒性、危险性或刺激性的警示；
- i) 在产品信息和使用说明中应标明材料含有的药理活性成分；
- j) 生产日期或批号。

9.2.2 内包装

所有内包装应清晰标明下列信息：

- a) 材料商标名或商品名；
- b) 制造商和/或销售国的代理商名称和地址；
- c) 以准确的语言描述材料的类别、颜色及用途；
- d) 按照 ISO 8601 要求注明“失效日期”(年和月)；
- 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) 有关液体易燃性或闪点的警示(若适用)；
- h) 有关毒性、危险性或刺激性的警示；
- i) 在产品信息和使用说明中应标明材料含有的药理活性成分；
- j) 生产日期或批号。

9.2.3 液剂的包装容器

在液剂的包装容器上应清楚地标出液体的闪点。

9.3 制造商说明书

在每一单独包装中,应附有安全有效地使用材料所需的说明书。制造商使用说明书中描述的所有加工方法应能使正畸基托聚合物满足本标准的要求。说明书至少应提供如下信息：

- a) 材料的主要成分及其含量；
- b) 按照 8.5 测试的最大残余单体含量(质量分数)；
- c) 若制造商声称残余单体含量低于 1%(质量分数),则应说明必要的固化过程；
- d) 用准确的语言指明材料中含有的可提取的邻苯二甲酸酯类增塑剂及其最大含量(质量分数)；
- e) 推荐的未加工材料的贮存条件；
- f) 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；

- g) 若适用,粉/液比(每单位体积质量或质量分数);
- h) 若适用,材料装盒的时间、温度和步骤;
- i) 若适用,有效的装盒时间;
- j) 制备模型的设备和材料(例如:义齿型盒的类型、石膏、水胶体包埋体系等);
- k) 推荐的分离剂;
- l) 装盒时义齿型盒的温度;
- m) 材料的引发及完全聚合所需的详细步骤;
- n) 材料加工后的后处理(从义齿型盒取出后的冷却或贮存)。

附录 A

(规范性附录)

高压液相色谱法(HPLC)测 MMA 含量

A.1 通则

HPLC(高压液相色谱法)中的一些条款与 GC(气相色谱)相同,见 8.5。

A.2 试验样品制备

见 8.5.2。

A.3 单体的提取

A.3.1 试剂

A.3.1.1 试剂见 8.5.3.1,以及以下试剂。

A.3.1.2 四氢呋喃(THF):分析纯或色谱纯。

A.3.1.3 水:符合 ISO 3696 的 2 级。

A.3.2 设备

设备描述见 8.5.3.2。

A.3.3 溶液配制

溶液配制见 8.5.3.3。

注:四氢呋喃,可以用丙酮代替。不需要内标(I.S.)溶液(见 8.5.3.3.4)。因此不需要在样品溶液(见 8.5.3.3.5)及校准溶液(见 8.5.4.3)中加入内标(I.S.)。

A.3.4 高压液相色谱(HPLC)

A.3.4.1 试剂

见 8.5.4.1。

A.3.4.2 设备

A.3.4.2.1 高压液相色谱仪:带有紫外光谱检测器,能在 205 nm 处检测(或其他等同的检测仪)并带有记录系统。

A.3.4.2.2 进样回路:体积 20 μ L。

A.3.4.3 校准溶液的配制

见 8.5.8.4.3,但不需要内标,THF 可被丙酮所代替。

A.3.4.4 高压液相色谱装置及其操作条件

a) 色谱柱:十八烷基硅烷化,5 μ m 粒子尺寸,长 250 mm,内径 4 mm~5 mm;

- b) 流动相:66%甲醇:34%水(66%CH₃OH:34%H₂O),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(CH₃CN/H₂O)流动相。

A.3.4.5 试样及校准溶液高压液相色谱分析

205 nm 波长适用于检测样品中较低浓度的 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选择改变波长,如 225 nm。

为了保证注入的样品溶液及校准溶液体积恒定,需要使用定量进样回路(如 20 μ L)。

为了准确测出样品溶液中的 MMA 的含量,需要选择合适的流动相使所有成分都能分离。

操作高压液相色谱仪(A.3.4.2.1),直到使所有组分都能完全洗脱。

A.3.4.6 从色谱图评价色谱峰

测定 MMA 的保留时间。保留时间在样品溶液和校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。

MMA 的峰面积和峰高通过记录仪和积分仪检测。

A.3.5 结果的计算和表述

A.3.5.1 从校准曲线计算结果

A.3.5.1.1 绘制校准曲线

将校准溶液中甲基丙烯酸甲酯单体的峰面积(或峰高)与相应的 MMA 浓度(μ g/mL)作点线图,绘制校准曲线。

A.3.5.1.2 检测的精确性

通过线性回归得到校准曲线的相关系数应不小于 0.990。

A.3.5.1.3 甲基丙烯酸甲酯含量的测定

用校准曲线测定待分析样品溶液中 MMA 的含量(c_{MMA}),单位为微克每毫升(μ g/mL)。

样品溶液中总 MMA, m_{MMA} (μ g)的计算见 8.5.5.1.3。

A.3.5.2 合格/不合格的判定

见 8.5.5.2。

A.3.5.3 结果表述

见 8.5.5.3。

参 考 文 献

- [1] ISO 178 Plastics—Determination of flexural properties.
 - [2] ISO 463 Geometrical Product Specifications(GPS)—Dmensional measuring equipment—Design and metrological characteristics of mechanical dial gauges.
 - [3] ISO 5893 Rubber and plastics test equipment—Tensile, flexural and compression types (constant rate of traverse)—Specification
 - [4] ISO 6344-1 Coated abrasives—Grain size analysis—Part 1; Grain size distribution test
 - [5] 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
 - [6] 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
 - [7] ASTM D5045 Standart test methods for plane—Strain fracture toughnessss and strain en-ergy release rate of plastic materials
-

中华人民共和国医药
行业标准
牙科学 基托聚合物
第2部分:正畸基托聚合物
YY/T 0270.2—2011/ISO 20795-2:2010

*

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 字数 53 千字
2013年2月第一版 2013年2月第一次印刷

*

书号: 155066·2-24275

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/T 0270.2-2011