



中华人民共和国医药行业标准

YY 0272—2009
代替 YY 0272—1995

牙科学 氧化锌/丁香酚水门汀 和不含丁香酚的氧化锌水门汀

Dentistry-Zinc oxide/eugenol and zinc oxide/non-eugenol cements

(ISO 3107:2004 MOD)

2009-06-16 发布

2010-12-01 实施



国家食品药品监督管理局 发布

AB0011

前 言

本标准的全部技术内容为强制性的。

本标准修改采用 ISO 3107:2004《牙科学 氧化锌/丁香酚水门汀和不含丁香酚的氧化锌水门汀》。

本标准不包含对可能的生物学危害的定性和定量要求,但推荐在评价可能的生物学危害时,请参见 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》。

本标准依据 ISO 3107:2004 重新起草。与 ISO 3107:2004 的技术性差异已编入正文,并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。

本标准与 ISO 3107:2004 的主要差异和原因如下:

- 考虑试验方法可操作性,在保留 6.4.1.2 中图 4 薄膜厚度加荷仪实验装置的情况下,增加一套与该装置同等精度的薄膜厚度加荷仪,如图 5 所示;
- 酸溶砷试样制备中,ISO 3107:2004 只说明了可固化水门汀试样的制备,对非固化水门汀没有说明。本标准中增加了非固化水门汀酸溶砷试样制备的方法;
- 6.2.2 后增加试验 3 个样品。6.2.3 中增加了固化时间结果的判定方法。ISO 3107:2004 中没有规定试验样品的个数,参考 YY 0271—1995《水基水门汀》标准对净固化时间的试验方法和试验结果判定,增加相应的内容;
- 本标准将 ISO 3107:2004 的修改单内容直接转化为本标准内容。

本标准代替 YY 0272—1995《齿科氧化锌丁香酚水门汀》。

本标准与 YY 0272—1995 主要变化如下:

- 本标准名称由“齿科氧化锌丁香酚水门汀”改为“牙科学 氧化锌/丁香酚水门汀和不含丁香酚的氧化锌水门汀”;
- 适用范围由 YY 0272—1995 的“适用于牙科暂时修复和垫底用”扩大为“适用于应用于牙科暂时粘固、永久粘固、窝洞衬层、窝洞垫底和暂时修复用的非水基氧化锌/丁香酚以及作为暂时粘固用的无丁香酚的氧化锌芳香水门汀”;
- YY 0272—1995 标准中没有分类。本标准中增加了分类,分为 I 型(暂时粘固用)、II 型(永久粘固用)、III 型(垫底和暂时充填用)、IV 型(窝洞衬层);
- 本标准取消了对外观的要求和调和方法的要求;
- YY 0272—1995 适用的产品的其他要求与本标准中分类为 III 型(垫底和暂时充填用)的要求相同,本标准中适用的产品除了 III 型外,还有 I 型(暂时粘固用)、II 型(永久粘固用)、IV 型(窝洞衬层)等三类产品,并增加了与这三类产品的相适应的要求和试验方法。

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。

本标准由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起草。

本标准主要起草人:郑睿、张殿云、贺铭鸣、张研、郑刚。

本标准废除并替代的标准历次版本发布情况:

- ZB C33 018—1986;
- YY 0272—1995。

牙科学 氧化锌/丁香酚水门汀
和不含丁香酚的氧化锌水门汀

1 范围

本标准适用于应用于牙科暂时粘固、永久粘固、窝洞衬层、窝洞垫底和暂时修复用的非水基氧化锌/丁香酚水门汀的性能要求和试验方法。

本标准也适用于作为暂时粘固用的无丁香酚的氧化锌芳香油水门汀。

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 610 化学试剂 砷测定通用方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7408 数据存储和交换形式 信息交换 日期和时间的表示方法(ISO 8601, IDT)
- GB/T 7686 化工产品中砷含量测定的通用方法(GB/T 7686—2008, ISO 2590:1973, MOD)

3 分类

根据本标准目的，分为以下几类：

- a) I 型：暂时粘固用：
 - 1) 1 类：固化水门汀；
 - 2) 2 类：非固化水门汀；
- b) II 型：永久粘固用；
- c) III 型：垫底和暂时充填用；
- d) IV 型：窝洞衬层。

4 要求

4.1 技术要求

按照标准第 6 章规定的试验方法进行试验，水门汀的性能要求应符合表 1 的规定。

表 1 性能要求

类型	37 ℃时的固化时间 min		24 h 抗压强度 MPa		24 h 水溶出量 %(质量分数) 最大	薄膜厚度 μm 最大	酸溶砷含量 mg/kg 最大
	最小	最大	最小	最大			
I 型 1 类	4	10		35	不适用	25	2
I 型 2 类	1 h 时能穿透		不适用	不适用	不适用	25	2
II 型	4	10	35		1.5	25	2
III 型	3	10	25		1.5	不适用	2
IV 型	4	10	5		1.5	不适用	2

4.2 生物相容性

参见 YY/T 0268。

5 取样

从同批零售包装中抽取足够的材料,能够完成相关项目的试验和必要的重复试验。

6 试验方法

6.1 试样制备

根据生产商的说明书(7.2)制备试样。

在环境温度为 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,相对湿度为 $50\%\pm 5\%$ 的环境中制备试样。调和试样前,将器具和材料置于此环境中至少 1 h。

按生产商说明书制备试样。调和足量的水门汀,保证一个试样是用一次调和的水门汀制备。每一个试样都使用新调和的水门汀制备。

6.2 固化时间

6.2.1 器具

6.2.1.1 恒温恒湿箱,能保持温度为 $37\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,相对湿度不低于 95%。

6.2.1.2 压头

6.2.1.2.1 对于 I 型 1 类、II 型和 III 型水门汀,压头为质量 $400\text{ g}\pm 2\text{ g}$ 的圆柱形,端面为直径 $1.0\text{ mm}\pm 0.1\text{ mm}$ 的平面,压头能在约 5 mm 范围内移动。

6.2.1.2.2 对 I 型 2 类、IV 型水门汀,压头类似 6.2.1.2.1,但质量为 $100\text{ g}\pm 0.5\text{ g}$,端面直径为 $2.0\text{ mm}\pm 0.1\text{ mm}$ 的平面。

6.2.1.3 模具,用耐腐蚀性金属材料制作的中间有一个圆孔的矩形板,尺寸如图 1 所示。

6.2.1.4 金属块,最小尺寸为 $8\text{ mm}\times 20\text{ mm}\times 10\text{ mm}$ 。

6.2.1.5 平玻璃片,厚度约 1 mm(如载玻片)。

6.2.2 试验步骤

将金属块(6.2.1.4)和压头(6.2.1.2)放置在 $37\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温恒湿箱中。

将已调定至 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下的金属模具(6.2.1.3)放在平玻璃片(6.2.1.5)上,充填水门汀使其与模具上表面平齐。

对 III 型水门汀,自调和开始 $120\text{ s}\pm 10\text{ s}$ 将试样组件移到恒温恒湿箱内的金属块上。对其他型号水门汀,在调和开始 $180\text{ s}\pm 10\text{ s}$ 内将试样组件移到恒温恒湿箱内的金属块上。

将试样组件放入恒温恒湿箱后,立即小心地将压头垂直下降至水门汀表面,每隔 15 s 在无压痕处压一次,直至达到固化时间。在两次试验之间保持压头清洁。

记录从调和开始至压头不能完全穿透 2 mm 试样时的时间为固化时间,精确至 15 s。

I 型 2 类材料为非固化型水门汀。为了证明这一性质,用质量为 $100.0\text{ g}\pm 0.5\text{ g}$ 的压头,每隔 15 min 压一次,共测试 1 h。可在灯光下肉眼观察试样被穿透情况。记录 1 h 压头是否完全穿透试样。

试验 3 个样品。

单位为毫米

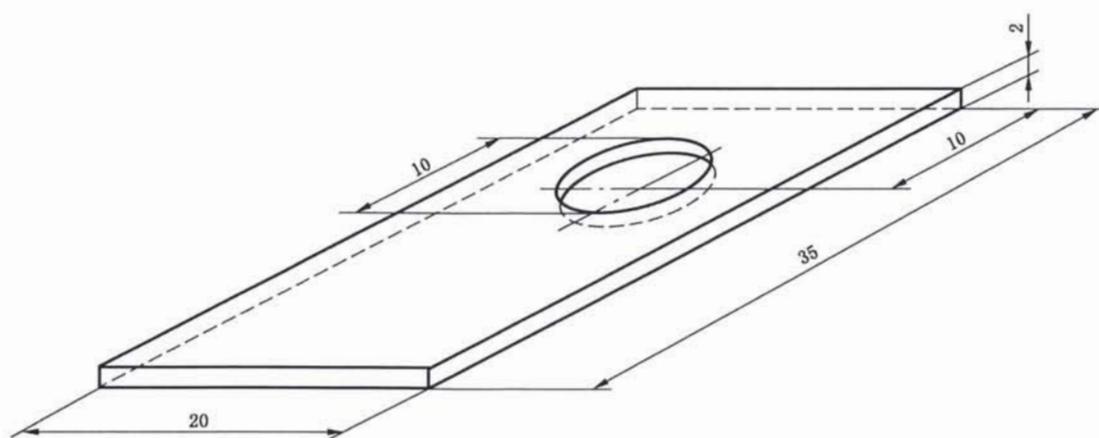


图 1 固化时间试样模具

6.2.3 结果判定

记录 3 次结果,每次结果都应符合 4.1 的要求。

6.3 抗压强度

6.3.1 器具

6.3.1.1 对开模具和平板,如图 2 所示,模具深 6 mm,内径 4 mm。由不锈钢或其他不被水门汀腐蚀的材料制成。

单位为毫米

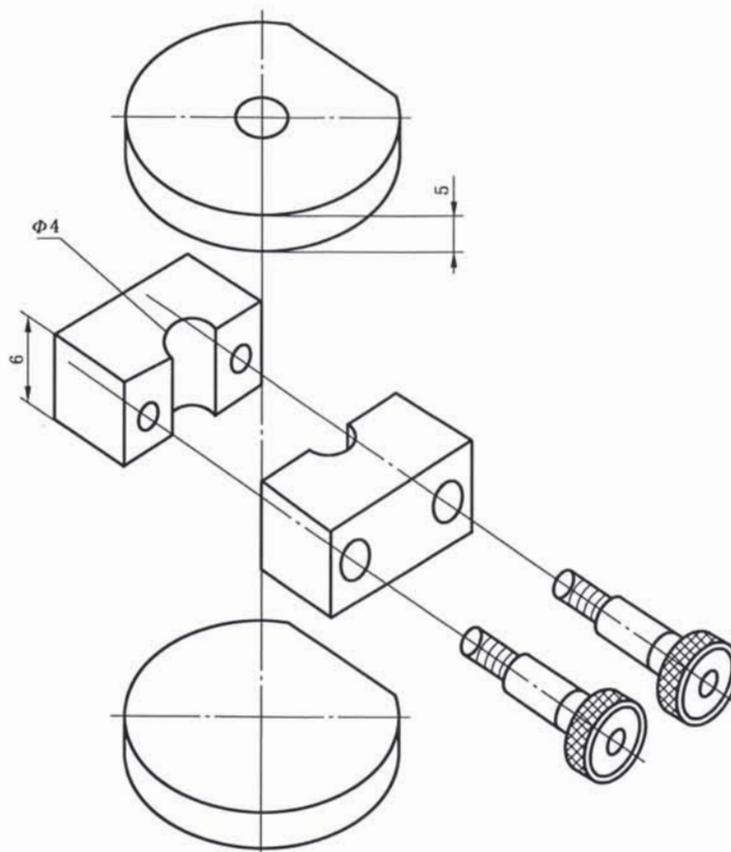


图 2 抗压强度试样模具

6.3.1.2 5个独立的螺旋夹,如图3所示。

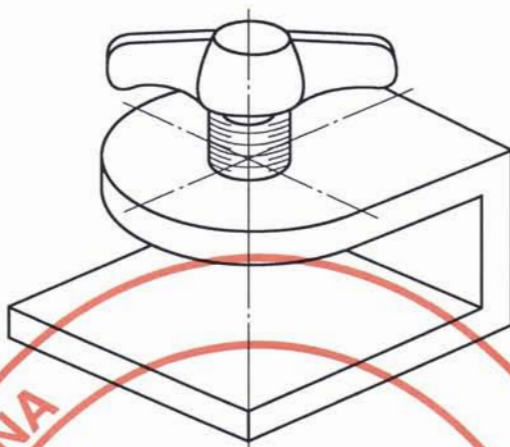


图3 抗压强度用螺旋夹

6.3.1.3 恒温恒湿箱,见6.2.1.1。

6.3.1.4 千分表或同等精度的测量器具,精度为 $1\mu\text{m}$ 。

6.3.1.5 力学试验机,十字头速度为 $0.75\text{ mm/min} \pm 0.30\text{ mm/min}$,或载荷速率 $50\text{ N/min} \pm 16\text{ N/min}$ 。

6.3.2 试样制备

将试验用模具(6.3.1.1)、螺旋夹(6.3.1.2)、上下盖板(6.3.1.1)置于 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 调定环境下。

本试验需要制备5个符合要求的试样。

将按照说明书调和好的水门汀在调和后的1 min内填入对开模具中至微溢(为避免混入气泡,建议使用合适的器械将尽可能多的水门汀沿模具的一侧填入模具中,直至材料在模具中微溢),然后将模具放在底板上,挤出多余水门汀。

为便于固化后的水门汀试样从模具中取出,充填前,可在模具内壁均匀地涂上一层3%微晶蜡或石蜡的甲苯溶液。也可以涂一薄层硅脂或聚四氟乙烯(PTFE)干膜润滑剂。

除去多余的水门汀,盖上金属顶板并压紧。将模具和金属板用螺旋夹(6.3.1.2)夹紧。在调和结束后2 min内,将整个组件移入 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温恒湿箱中(6.3.1.3)。

调和结束后1 h,去除金属板,在平玻璃片上用混有水的 $45\mu\text{m}$ 碳化硅粉或类似的磨料,将试样的两端磨平;也可以用同等粒度的砂纸加水(GB/T 6682—2008,2级)研磨试样。

在试样制备过程中保持试样湿润。

在砂纸上每磨几次将试样旋转 $1/4$ 周后再磨。磨平后的试样端面与试样长轴垂直。

磨平后立即从模具中取出试样,检查试样是否有气泡或边缘有无缺损,剔出有缺陷的试样。用千分表(6.3.1.4)测量圆柱的直径,精确至 $1\mu\text{m}$ 。

将符合要求的试样浸泡在 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水(GB 6682—2008,2级)中,保持24 h。随后将试样移入 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水中,保持15 min,立即试验。

6.3.3 步骤

将按上述条件制备的试样置于力学试验机(6.3.1.5)的加荷装置平板之间,沿试样长轴方向以 $1.00\text{ mm/min} \pm 0.05\text{ mm/min}$ 的速率加荷直至试样破裂。记录试样破裂时的最大负荷。

试验5个样品。

6.3.4 结果

应用下式计算抗压强度:

$$K = \frac{4F}{\pi d^2}$$

式中:

K ——抗压强度,单位为兆帕(MPa);

F ——最大负荷,单位为牛(N);

d ——试样直径测量的平均值,单位为毫米(mm)。

6.3.5 结果判定

试验结果如下:

- a) 如果有4个或5个试样的测试结果等于或大于表1规定的极限值,则认为符合4.1的要求。
- b) 如果有3个或3个以上试样的测试结果小于表1规定的极限值,无需进一步实验,则认为不符合4.1的要求。
- c) 如果只有3个试样的测试结果等于或大于表1规定的极限值,应重复整个试验。重复试验中若有任何一个试样的测试结果低于表1规定的极限值,则认为不符合4.1的要求。

6.4 薄膜厚度

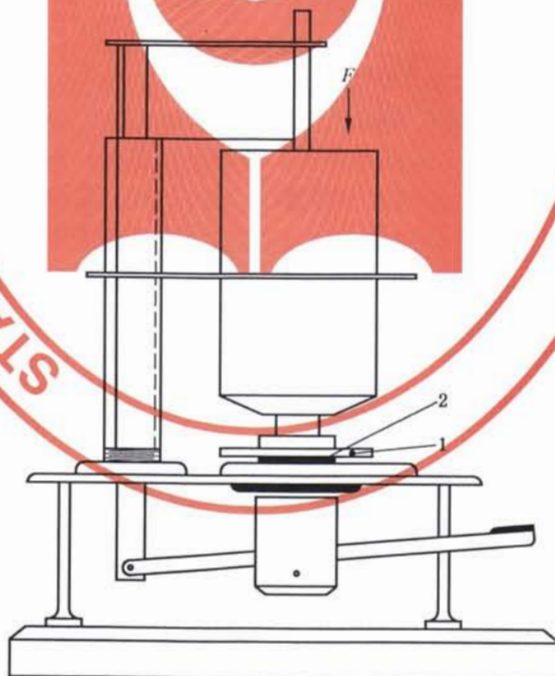
6.4.1 器具

6.4.1.1 两片方形或圆形、厚度均匀且不低于5 mm厚的光学平玻璃片,两片平玻璃片的接触面积为 $200\text{ mm}^2 \pm 25\text{ mm}^2$ 。

6.4.1.2 加荷装置,如图4所示,或等效装置,如图5。该装置可通过上玻璃片对试样平稳地施加 $150\text{ N} \pm 2\text{ N}$ 的垂直力,施力过程中玻璃片不得发生旋转。

图4中加荷杆底端附有加荷头,加荷头的端面水平且与底座平行。在施力时,每个玻璃片经固位销定位,防止施力时发生旋转。

图5为等效的加荷装置,加荷杆底端附有加荷。



1——玻璃片;

2——试样;

F ——负荷。

图4 厚度加荷装置

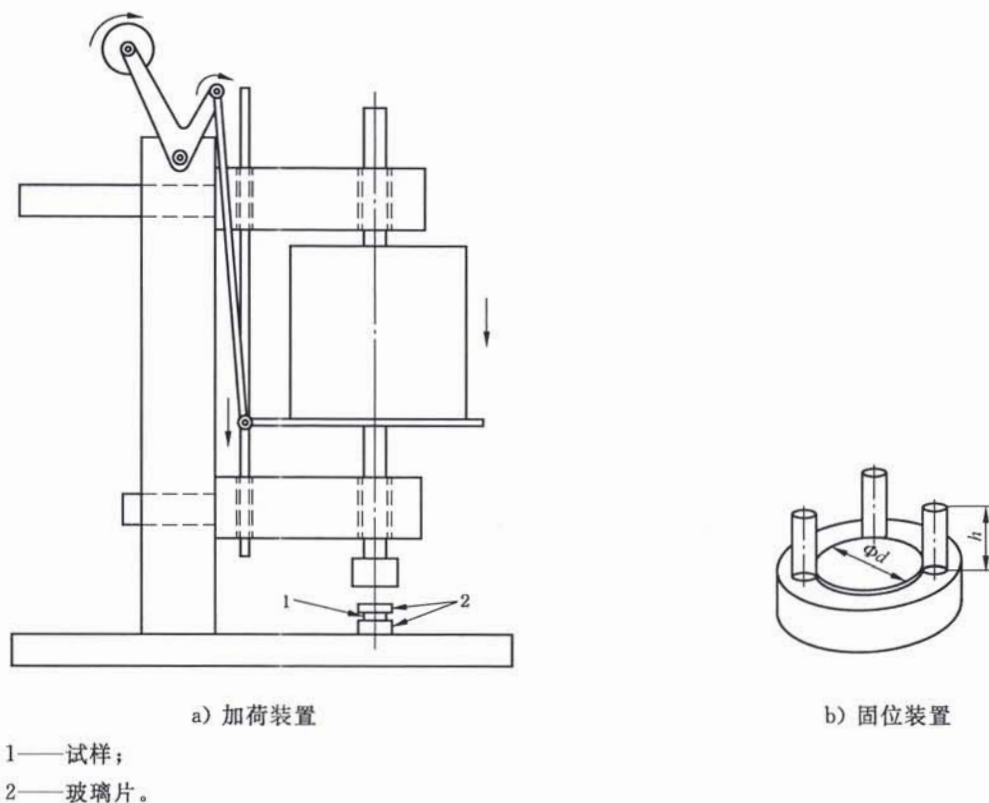


图5 等效加荷装置及玻璃片固定装置

6.4.1.3 千分表或等效测量器具,精度 $\pm 1\ \mu\text{m}$,如 6.3.1.4。

6.4.2 步骤

用千分表或等效测量器具(6.4.1.3)测量两光学玻璃片(6.4.1.1)紧密接触时的厚度(读作 A),精确至 $1\ \mu\text{m}$ 。移开上玻璃片,将按照生产商说明书制备的试验材料 $0.02\ \text{mL} \sim 0.1\ \text{mL}$ 放置在下玻璃片中心,并将之放于加荷装置底座上,中心对准加荷头。将第二块玻璃片按原始测量位置放置在试样上。在生产商规定的工作时间结束前 10 s,通过加荷装置(6.4.1.2)对上玻璃片轻轻施加 150 N 的垂直力至少保持 10 min,确保试样完全充满两个玻璃片之间,将定位装置从加荷仪上移出,测量含试样薄膜两玻璃片的总厚度(读作 B)。计算含水门汀薄膜的玻璃片厚度与不含水门汀薄膜的玻璃片厚度的差值(读数 B—读数 A)为水门汀材料的薄膜厚度,精确至 $2\ \mu\text{m}$ 。

上述试验共进行 5 次。

6.4.3 结果判定

结果报告如下:

- 5 个试样中有 4 个或 5 个试样的结果等于或小于 $25\ \mu\text{m}$ (表 1),材料符合 4.1 的要求。
- 如果有 3 个或 3 个以上试样的测试结果大于 $25\ \mu\text{m}$,无需进一步实验,则材料不符合 4.1 的要求。
- 如果只有 3 个试样的结果小于 $25\ \mu\text{m}$,应重复整个试验,重复试验中若有任一个试样的测试结果大于 $25\ \mu\text{m}$,则认为材料不符合 4.1 的要求。

6.5 水溶出量

6.5.1 器具

6.5.1.1 恒温恒湿箱,见 6.2.1.1。

6.5.1.2 模具

高为 1.5 mm,内径为 20 mm 的不锈钢开口环于图 6 所示的成形器或固位板中,成形器或固位板保证开口环不会被多余的水门汀胀开致使直径超过 20 mm。

6.5.1.3 4根线,由不锈钢或其他耐腐蚀材料制成,每根线直径约0.25 mm、长约50 mm,重量约0.001 g。

6.5.1.4 两个广口瓶 容积大于50 mL,如图7所示。

6.5.1.5 单个或多个弹簧夹,如图8所示。

6.5.1.6 干燥器,内有干燥的无水硫酸钙或在130℃温度下新干燥好的硅胶。

单位为毫米



图6 水溶出量试验模具

图7 悬挂水溶出量试样试验的广口瓶

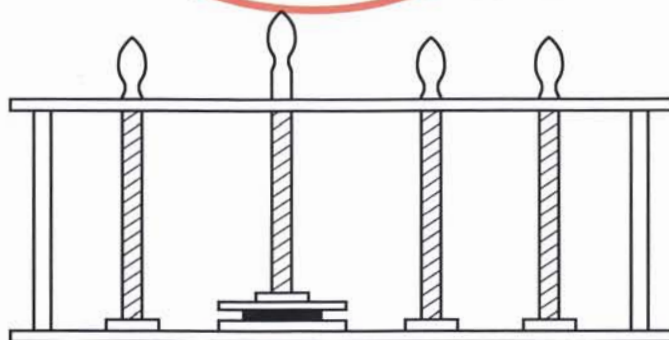


图8 弹簧夹

6.5.2 试样制备

试样制备前将弹簧夹(6.5.1.5)放在恒温恒湿箱(6.5.1.1)中至少 5 min, 将模具(6.5.1.2)放在盖有聚乙烯或醋酸纤维素薄膜的平玻璃片上。

将一根已称重的线(6.5.1.3)通过开口环的口伸入开口环内至少 10 mm, 按生产商说明书调和好的水门汀充填于开口环中至微溢。盖上另一块覆有聚乙烯或醋酸纤维素薄膜的平玻璃片, 然后压紧。

调和开始后 3 min, 将模具和玻璃片一同置于 37 °C ± 1 °C 恒温恒湿箱中的弹簧夹上。1 h 后, 从弹簧夹上取出带有试样的玻璃片, 小心地将带线的水门汀片从环形模具中取出。除去试样边缘多余的水门汀和表面松散物质。

有些水门汀在早期固化阶段相对容易碎, 在从开口环模具中取出样品前必须去除模具表面上多余的水门汀。为了试样能容易地从模具中取出, 建议使用适当的分离剂, 如 PTFE 干膜润滑剂。

每次测试制备两个试样。

6.5.3 试验步骤

称量试样并记录水门汀的净质量, 精确到 0.001 g, (质量 m_1)。将两个试样用线悬挂放于广口瓶(6.5.1.4)中(见图 7), 试样不得相互接触, 也不得接触瓶壁, 立即往广口瓶内注入 50 mL 水(GB/T 6682—2008, 2 级)浸没两个试样, 盖紧瓶盖。将试样在 37 °C ± 1 °C 条件下浸泡 24 h 后, 从水中取出试样, 用少量水冲洗试样表面, 再用干净的吸水纸吸干后, 放入干燥器内(6.5.1.6)24 h, 再次称重, 精确至 0.001 g, 反复称重直至质量恒定(±0.001 g), 记录为最终的水门汀净质量(质量 m_2)。

6.5.4 结果计算

应用下式计算水溶出量 D , 以%(质量分数)表示:

$$D = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \times 100\%$$

计算两组试验的平均值(两个瓶中各含两个试样), 精确到 0.01%。

6.5.5 判定

如果 6.5.4 的结果小于等于 1.5%(表 1), 材料符合 4.1 的要求。

6.6 酸溶砷含量

6.6.1 试样制备

6.6.1.1 对固化型水门汀, 将固化的水门汀研磨成粉末, 能通过 75 μm(200 目)的筛。将 2 g 筛分的粉末置于含有 30 mL 水的烧杯中, 加入 10 mL 36%(质量分数)的盐酸($\rho=1.18$ g/mL)。将混合物置于 37 °C ± 1 °C 中 1 h, 过滤。

6.6.1.2 对非固化型水门汀, 称取 2 g 调和好的混合物置于含有 30 mL 水的烧杯中, 加入 10 mL 36%(质量分数)的盐酸($\rho=1.18$ g/mL)。将混合物置于 37 °C ± 1 °C 中以 300 r/min 的速度搅拌 1 h, 过滤。

6.6.2 试验方法

根据 GB/T 7686、GB/T 610 或其他等效精度的分析方法测定过滤物中总的砷含量。

6.6.3 判定

如果 6.6.2 测试结果等于或小于 2 mg/kg(表 1), 则材料符合 4.1 的要求。

7 包装标识

7.1 包装

水门汀应包装于密封容器中, 制作容器的材料应不与内容物反应, 内容物不会产生污染。本标准中容器是指内包装。

7.2 使用说明书

每一包装所附的说明书, 能为使用者提供有关水门汀组分比例、混合和操作。详见以下内容:

a) 推荐的调和温度和湿度, 调和条件和方式, 调和后的外观;

- b) 根据各种用途推荐的调和比例；
- c) 调和速度；
- d) 胶囊型：
 - 1) 使各组分混合的方法；
 - 2) 机械混合器械的类型；
 - 3) 最小有效体积(mL)；
- e) 水门汀调和时间；
- f) 调和后的工作时间；
- g) 固化时间(若适用)。

7.3 容器上的标记

每个容器外包装上必须清楚的标明如下几个部分：

- a) 生产商的名称和/或商标；
- b) 水门汀的型号和类型；
- c) 粉剂型或糊剂型的最小净质量(g)，液剂型的最小体积(mL)；
- d) 在外包装，推荐的储存条件、识别每一批的序号或代码，或者生产批号，标志应符合相关法规的规定；
- e) 标明材料是否含有生物有害性材料，例如丁香酚。

7.4 胶囊或独立包装

若适用，每一个胶囊或独立包装都应有标记或颜色。

独立包装的胶囊型产品，外包装应符合 7.3d) 要求。

参 考 文 献

- [1] GB/T 16886.1—2001 医疗器械生物学评价 第1部分:评价与试验(idt ISO 10993-1:1997)
 - [2] YY/T 0268 牙科学 口腔的医疗器械生物学评价 第1单元:评价与试验
-