



# 中华人民共和国医药行业标准

YY 0623—2008

## 牙科材料可溶出氟的测定方法

Test method of soluble fluoride of dental materials

2008-04-25 发布

2009-12-01 实施



国家食品药品监督管理局 发布

## 前 言

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、杨林、贺铭鸣。

## 引 言

口腔含氟材料的特点是在口腔中释放氟,游离的氟与牙齿结构中的羟基磷灰石结合,达到防龋的目的。本标准采用氟离子选择电极法测定材料中溶出的氟离子含量,并推荐了对口腔含氟材料的三种处理方法,以提取其中的氟离子。

方法一:测定直接溶解在水里材料释放的氟离子。由于各种口腔含氟材料在口腔的环境下,释放氟的量和释放时间有很大关系,经历了释放高潮到逐渐衰减至释放结束这样一个过程。因此,在释放期的不同时间,所测的氟的浓度有很大差异。此方法可以模拟在口腔温度条件下,经过一定的时间后,测定释放出的氟离子,具有防龋应用的现实意义。选择该方法时,厂家应根据产品的特性选择产品在水中放置的时间。

方法二:将溶于水的氟化物经过酸处理,转化为离子型氟,测其含量。

方法三:将溶于水的氟化物与碳酸钠灼烧处理后,生成氟化钠,转化为离子型氟,测其含量。



## 牙科材料可溶出氟的测定方法

### 1 范围

本标准规定了口腔材料中可溶出氟的测定方法。本标准中所指的可溶出氟,包括了材料直接溶于水中释放的氟和经过不同方法处理后,溶于水中的氟。

本标准适用于口腔修复、粘接、预防保健材料中可溶出氟含量的测定。

### 2 方法

#### 2.1 设备

- 2.1.1 酸度计(电位仪)
- 2.1.2 复合氟电极
- 2.1.3 电子天平(0.0001 g)。

#### 2.2 试剂

- 2.2.1 氟化钠(优级纯或分析纯)。
- 2.2.2 环己二胺四乙酸,CDTA(分析纯)。
- 2.2.3 氯化钠(分析纯)。
- 2.2.4 冰乙酸(分析纯)。
- 2.2.5 6 mol/L 氢氧化钠。
- 2.2.6 5 mol/L 磷酸。
- 2.2.7 10%碳酸钠。
- 2.2.8 水:试验用水应符合 GB 6682 中三级水的规格。

#### 2.3 检测环境

检测环境为  $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

#### 2.4 配制溶液

##### 2.4.1 总离子强度调节缓冲液(TISAB II)

取 1 000 mL 烧杯,加入约 600 mL 去离子水,4.0 g 环己二胺四乙酸(CDTA),57 mL 冰乙酸和 58 g 氯化钠,经磁力搅拌溶解后,置烧杯于冷水浴中,慢慢搅拌加入 6 mol/L NaOH,调节 pH 为 5.0~5.5,转入 1 000 mL 容量瓶中,加去离子水稀释至刻度。

##### 2.4.2 配制 100 $\mu\text{g/mL}$ 氟标准原液

将氟化钠于  $110^{\circ}\text{C}$  烘箱内干燥 4 h,置保干器中冷却至室温,精确称取 0.222 g 于 1 000 mL 容量瓶中,加入去离子水溶解并稀释至刻度转入聚乙烯塑料瓶中。此溶液含氟浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$ 。

##### 2.4.3 配制校准溶液及绘制校准工作曲线

移液管分别量取上述溶液 0.1 mL、0.5 mL、1 mL、5 mL、10 mL、20 mL、50 mL 移入 100 mL 容量瓶中,每个容量瓶中加入 20 mL 的总离子强度调节缓冲液(TISAB II),加入去离子水稀释至刻度。所得溶液含氟浓度分别为 0.1  $\mu\text{g/mL}$ 、0.5  $\mu\text{g/mL}$ 、1  $\mu\text{g/mL}$ 、5  $\mu\text{g/mL}$ 、10  $\mu\text{g/mL}$ 、20  $\mu\text{g/mL}$ 、50  $\mu\text{g/mL}$  (也可根据需要配制校准溶液,使被测样品氟含量在校准溶液的浓度之内)。将上述溶液分别置于 150 mL 聚乙烯塑料杯中,在磁力搅拌器上搅拌,用电位仪与复合氟电极从低浓度到高浓度依次测其电位值,每个电位值都要在数值稳定后读取。在半对数坐标纸上绘制氟浓度-电位值的工作曲线。X 轴为电位值(单位:mV);Y 轴为氟浓度(单位: $\mu\text{g/mL}$ )。并得出回归方程。

#### 2.4.4 供试液的制备

##### 2.4.4.1 方法一

称取 0.5 g~1.0 g 的样品(也可视样品氟含量而定,精确至 0.000 1 g,若为固化类材料,按说明书固化后破碎,碎块大小可以进入容量瓶)于 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 的总离子强度调节缓冲液(TISAB II),加去离子水稀释至刻度。可在(37±1)℃水中放置一段时间(生产厂家根据产品特点自己规定)。

##### 2.4.4.2 方法二

精确称取 2 g 样品(也可视样品氟含量而定。精确至 0.000 1 g)于 50 mL 塑料杯中,加入 30 mL 去离子水,磁力搅拌使之充分溶解。离心(3 000 r/min, 15 min),转入 100 mL 容量瓶中,去离子水稀释至刻度。

取上清液 4 mL(视样品氟含量而定)于 10 mL 容量瓶中,加 1 mL 5 mol/L HCl,混匀,密闭,于 45 ℃水浴中加热 10 min,转入 100 mL 容量瓶中,加入 6 mol/L NaOH 中和,再加入 20 mL 的总离子强度调节缓冲液(TISAB II),加去离子水稀释至刻度。

##### 2.4.4.3 方法三

称取 5 g 样品(精确至 0.000 1 g)于 150 mL 的烧杯中,加 50 mL 去离子水,40 ℃±1 ℃条件下磁力搅拌 30 min,待冷却至室温,离心(3 000 r/min, 15 min),去离子水清洗离心管,收集上清液于 100 mL 容量瓶中并加去离子水至刻度,存于塑料瓶中。取 5 mL 上清液加入到 25 mL 铂金坩埚中,加 1 mL 碳酸钠溶液,加热坩埚使溶液干燥。将坩埚放入到茂福炉中加热到 600 ℃。放入保干器中冷却,加入 20 mL 的总离子强度调节缓冲液(TISAB II),并煮沸数分钟,冷却后转入到 100 mL 容量瓶中(必要时将溶液过滤),并加去离子水至刻度。

#### 2.5 样品可溶出氟及含量计算

##### 2.5.1 可溶出氟的测定

取经上述处理的适量供试液于聚乙烯杯中,在磁力搅拌器上搅拌,电位仪检测并记录稳定后的电位值,在标准曲线上查出相应电位值的氟浓度  $\log \alpha$ 。也可根据回归方程计算。

##### 2.5.2 计算样品可溶出氟含量

三种方法测得可溶出氟含量分别以式(1)、式(2)、式(3)表示如下:

$$c_1 = \alpha_1 \times \frac{100}{m} \times 10^{-6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$c_2 = \alpha_2 \times \frac{100}{4} \times \frac{100}{m} \times 10^{-6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$c_3 = \alpha_3 \times \frac{100}{5} \times \frac{100}{m} \times 10^{-6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$c$ ——样品的可溶出氟含量,%;

$\alpha_1$ 、 $\alpha_2$ 、 $\alpha_3$ ——从校准工作曲线中查得的样品氟浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$m$ ——样品的质量,单位为克(g)。

#### 2.6 结果处理

每种样品按上述步骤检测 2 次,取其平均值作为检测结果。

### 参 考 文 献

- [1] GB/T 603—1988 化学试剂试验方法中所用试剂及制品的制备.
  - [2] GB 8372—2001 牙膏.
  - [3] GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法.
  - [4] ISO 11609—1995 牙科学 牙膏 设备、试验方法和标识.
  - [5] 郭媛珠,凌均荣,陈成章,等. 氟与口腔医学. 北京:科学技术出版社,2000:17-23.
-

中 华 人 民 共 和 国 医 药  
行 业 标 准  
牙 科 材 料 可 溶 出 氟 的 测 定 方 法  
YY 0623—2008

\*

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](http://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 0.5 字 数 7 千 字  
2008 年 11 月 第 一 版 2008 年 11 月 第 一 次 印 刷

\*

书 号 : 155066 · 2-19186 定 价 10.00 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



2008

YY 0623-