

1433



中华人民共和国医药行业标准

YY 1027—2018
代替 YY 1027—2001、YY 0494—2004

牙科学 水胶体印模材料

Dentistry—Hydrocolloid impression materials

(ISO 21563:2013,MOD)

2018-06-14 发布

2019-07-01 实施

国家药品监督管理局 发布



目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 琼脂水胶体印模材料的分类	3
5 要求——特性和性能	3
6 试验前处理	4
7 试验方法	7
8 标签和使用说明书的要求	18
附录 A（规范性附录） 试验用设备及配件的示意图	21
附录 B（资料性附录） 抗撕裂试验的一种可选试样夹持方式的制备步骤	34
参考文献	38

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 YY 1027—2001《齿科藻酸盐印模材料》和 YY 0494—2004《牙科琼脂基水胶体印模材料》。

本标准与 YY 1027—2001 和 YY 0494—2004 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 增加了琼脂材料 3A 型的分类,同时在所涉及的项目中加入对 3A 型材料的试样制备步骤;
- 增加了关于 3A 型材料拉伸粘接强度和线性尺寸变化的试验方法和要求;
- 删除了 YY 1027—2001 和 YY 0494—2004 中关于产品外观、调和物外观的要求及试验方法,将这部分内容在第 6 章“试验前处理”阶段进行检查;
- 删除了对琼脂材料挤出温度、凝胶温度和挤出性的要求,并将这部分内容在第 6 章“试验前处理”阶段进行检查;
- 删除了藻酸盐材料抗压强度项目,增加了抗撕裂性能项目;
- 修改了藻酸盐材料和琼脂材料的细节复制,试验方法也做相应的修改。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 21563:2013《牙科学 水胶体印模材料》。

本标准与 ISO 21563:2013 的技术性差异及其原因如下:

- 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:
 - a) 用修改采用国际标准的 GB/T 6682 代替了 ISO 3696。
 - b) 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)。
 - c) 用修改采用国际标准的 YY 0462 代替了 ISO 6873。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家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。

本标准负责起草单位:国家药品监督管理局北大医疗器械质量监督检验中心。

本标准参与起草单位:日进齿科材料(昆山)有限公司、上海医疗器械股份有限公司齿科材料厂。

本标准主要起草人:白伟、林红、袁慎坡、沈熙炜、秦洁、徐正国、杜祖敏、郑刚、孙志辉。

本标准的历次版本发布情况为:

- YY 1027—2001;
- YY 0494—2004。

牙科学 水胶体印模材料

1 范围

本标准规定了弹性含水琼脂和藻酸盐水胶体牙科印模材料的性能要求和试验方法,以便确定其能否达到预期的使用质量。同时规定了使用说明书和标签的要求。

本标准适用于弹性含水琼脂和藻酸盐水胶体牙科印模材料。

注:本标准不包含对可能的生物学危害的定性和定量要求,但推荐在评价水胶体印模材料的可能的生物学危害时,参考 ISO 10993 和 ISO 7405。

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

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)

YY 0462—2018 牙科学 石膏产品(ISO 6873:2013,MOD)

3 术语和定义

GB/T 9937.1—2008、GB/T 9937.2—2008、GB/T 9937.3—2008、GB/T 9937.4—2005、GB/T 9937.5—2008 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

粘接 bonding

印模材料中可逆和不可逆的印模组分的黏性特性,使得各个单独使用且需要相互配合的组分形成一个统一的印模系统,以达到所需的弹性及有效印模的程度,并能成功从口腔取出。

3.2

大包装容器 bulk container

贴有标签的销售包装或直接包装容器,内装有散装颗粒、液体、粉末或其他松散物质,其包装量通常多于一次口腔临床治疗或实验室操作所需的量。

3.3

可逆/不可逆印模材料结合系统 combined reversible/non-reversible impression material system

低稠度琼脂材料被首先注射在选定牙的周围,在印模成型的时候,能与不可逆的藻酸盐印模材料通过压力粘接起来使用的印模系统。

3.4

销售包装 consumer packaging; retail packaging; sales packaging

在零售时能提供给最终用户或消费者的一个含有包装及其内容物的销售单元。

[ISO 21067-2007, 定义 2.2.5]

3.5

弹性回复试验 **elastic recovery test**

用于测定从口腔或颅面组织中取出印模时,材料是否具有从变形状态适当回复而需要的弹性性能的测试方法。

3.6

挤出温度 **extrusion temperature**

能将液态的 3 型和 3A 型琼脂印模材料,从弹筒包装或输送器包装挤到口腔内组织上的温度。

3.7

印模 **impression**

通过施加一种可塑性印模材料,获得的口腔的或颅面的组织面阴模。通常将印模材料放置在印模盘里或注射到组织接触面,待其硬化或弹性化,以便全部印模材料和托盘整体能够被从接触部位移出,而对组织和印模整体都不造成严重的损坏。

注:一个准确成形的印模能够具有一个供流体模型材料(石膏)灌注的凹陷表面,所以当模型材料固化后,形成印模表面的阳模。

3.8

初凝时间 **initial setting time**

从混合材料的各组分或其他有关的化学活化反应开始,到规定的试验结果显示活化材料已经以一定速度开始固化时为止的时间。表明在此后的可以预见的时间内,材料将实现有效固化。

注:制造商说明书规定的初凝时间对试验操作者、用户和标准制定者都是有用的,因为:

- 用于判定在打开包装之前或之后该产品的质量是否已经变质。例如,如果试验人员或用户通过试验确认初凝时间与制造商说明书规定的时间相符,该产品会被认为适合于试验或使用。
- 在为某些材料制定标准的工作中,当需要为标准确定一个时间参考点时,初凝时间可以被用于指定一个随后指定的程序可以安全地开始的较晚的时间点的基准。

例如:某些类型的石膏产品混合的有效凝固时间预期是合理的,都会达到预先为混合而记录的初凝时间后的 45 min 之内。

3.9

液化 **liquefaction**

琼脂印模材料或复制材料由弹性的凝胶态变为塑性的或有流动性的溶胶态时,所经历的加热程序。

3.10

不可逆印模材料 **non-reversible impression material**

有效凝固后能够从口腔中取出,但是不能再回复到形成印模时的可塑状态的印模材料。

3.11

内包装 **primary packaging**

初级容器

用于直接与产品相接触的包装。

注:ISO 21067:2007 的 2.2.2 适用于此。

3.12

可逆印模材料 **reversible impression material**

以凝胶态销售,通过加热可以再次使其变为印模所需的有一定流动性的胶体或糊状物的印模材料,如琼脂水胶体材料。

注:过去几年中,印模材料凝胶和溶胶的可逆性能,使其能够被回收且反复使用,而现代的感染控制措施正在阻碍着使用者在患者口腔中重复再利用可逆的印模材料。

3.13

外包装 secondary packaging

用于盛放一个或多个内包装以及防护材料和使用工具的包装。

注：ISO 21067:2007 的 2.2.3 适用于此。

3.14

存储 storing

使液态的可逆琼脂水胶体印模材料，保存在已经降温后的状态，以达到注射所需的温度。

3.15

压应变试验 strain-in-compression test

确定形成印模后弹性印模材料是否具有以下特性的标准试验方法。

——柔性：印模从口腔中取出时，不损伤被取制印模的口腔组织，且；

——刚性：抵抗在其内灌制石膏模型时可能发生的变形力，或转移和固定种植体部件在印模所期望的位置上时，能够有更好的效果。

3.16

调温 tempering

为了安全有效地固位于口腔，将高稠度或中等稠度的琼脂印模材料先置于印模托盘中，再放入比口腔温度稍高的水浴中，以降低溶胶态温度的过程。

3.17

小包装 unit packet

该包装通常仅能盛放满足单次口腔临床治疗或单次试验所用的量。

4 琼脂水胶体印模材料的分类

琼脂印模材料按照其开始制备口腔或颌面组织表面印模时具有的稠度进行分类，按 5.2 进行试验。

1 型 高稠度，用于制取全口或局部牙弓印模，可和通过输送器挤出的相对低稠度的 2 型或 3 型琼脂印模材料同时使用。

2 型 中等稠度，用于制取全口或局部牙弓印模，可和通过输送器挤出的 3 型琼脂材料同时使用。

3 型 低稠度，可使用于 1 型或 2 型通过输送器挤出的琼脂材料。

3A 型 低稠度，用于可逆/不可逆印模材料系统的，声称能与其匹配的藻酸盐印模材料粘接的输送器型材料（藻酸盐材料的量在琼脂/藻酸盐印模材料系统中占大部分）。

5 要求——特性和性能

仅适用于一种类型水胶体印模材料（琼脂或藻酸盐）的要求，由 5.1～5.5 规定。适用于两种类型的要求，由表 1 规定。

5.1 稠度（仅适用于溶胶状态下，所有型号的琼脂印模材料）

被暴露于制造商使用说明书中推荐的存储温度之后，材料应具有一定的稠度，使充满于整个输送管或输送器的材料能在 30 s 内被完全挤出。不需要制样，但材料应可以被检测是否能在 30 s 内被完全挤出。

5.2 工作时间（仅适用于藻酸盐材料）

按 7.1 试验，针入度计压头和基底板之间的材料厚度不应超过 0.25 mm。

5.3 初凝时间(仅适用于藻酸盐材料)

按 7.2 试验,材料的初凝时间不超过制造商声称值的 20%。

5.4 线性尺寸变化(仅适用于 3A 型材料)

按 7.8 试验,线性尺寸变化应不超过 1.0%。

5.5 拉伸粘接强度(仅适用于 3A 型材料)

按 7.9 试验,拉伸粘接强度的最小值应不低于 50 kPa。

表 1 其他性能要求——琼脂或藻酸盐印模材料

试验条款号	试验程序	单位	琼脂材料		藻酸盐粉末和膏/膏材料
			1 型和 2 型	3 型和 3A 型	
7.3	消毒前和消毒后的细节再现性复制的线的宽度	μm	20	20	20
7.4	与石膏配伍性复制的线的宽度	μm	30	50	50
7.5	弹性回复(最小值)	%	96.5	96.5	95.0
7.6	压应变限量范围	%	4.0~15.0	4.0~15.0	5.0~20.0
7.7	抗撕裂性(最小值)	N/mm	0.75	0.50	0.38

6 试验前处理

注: 操作者应在进行第 7 章所描述的试验方法前,充分考虑本章所包含的信息,以避免试验人员因考虑不周而导致的时间浪费。

6.1 取样

对于试验材料的取样,应遵守以下指南:

- 从市售的未过期的独立包装产品中取样;
- 选择同一编号(批号)的样品[8.1c)];
- 当需要采用完整的鉴定试验评价材料时,所需样品的最小取样量:
 - 对于 1 型和 2 型琼脂材料:至少 30 个大管或等量包装材料;
 - 对于 3 型和 3A 型琼脂材料:至少 150 个管装、弹筒装或胶囊装材料;
 - 对于藻酸盐印模材料:至少 900 g;
 - 对于藻酸盐膏状材料:5 L;
 - 对于与石膏配伍性试验的石膏材料:至少 1 000 g。

注: 上述评价材料性能可能所需的试样量包含了通过下文条款中样品尺寸计算出的消耗量;此外还应增加试验练习和预试验所需要的消耗量。

6.2 产品预试验

下述检查有助于确定试样(6.1)是否适合于测试。

6.2.1 标签所述内容的一致性检查

在尝试打开任何一个包装组分之前,凡是包装外观上关于储藏或产品的使用等任何信息,出现损坏或涂抹时,应检查销售包装标签上的信息与 8.1 的符合性。记录每个试验用材料内包装上的产品名称、类型、批号和使用日期。

6.2.2 对于包装有效性的检查

在打开任何内包装前,应尽可能仔细检查,如果有如下迹象出现,则可能是由于产品的制造商的原因,内容物的质量已经发生变质:

- 管帽或桶盖松动,或有漏出物;
- 包装容器破裂或穿孔;
- 包装容器内琼脂的失水收缩,例如,可以由视觉、听觉或触觉发现。

在打开藻酸盐材料容器后,马上检查内容物,可能由于包装出问题或破损而导致结块或结颗粒情况。

注:不要使用任何变质的材料来制备试样。

6.2.3 对使用说明书符合性的检查

在打开任何直接容器前:

- 检查标签来确定,是否标签中包含使用说明的任何信息,由 8.2 确定;
- 检查并确定任何附在基本包装外的使用说明活页。

在打开藻酸盐粉剂的直接容器后,马上检查其内的任何可能被放置于包装容器内部的说明活页。

6.3 试验前的准备

6.3.1 实验室环境

除非本标准另有规定,所有试样制备及检测均应在实验室环境温度(23 ± 2)℃,相对湿度(50 ± 10)%环境下进行。除非本标准另有规定,用于试验的所有设备及材料在试样制备和测试前均应放于该环境中。

6.3.2 器具功能校验步骤

器具功能校验步骤如下:

- a) 在试验前检查所有配件、仪器和设备的功能及效果;
- b) 必要时进行校准,以保证这些器具能符合本标准或 YY 0462—2018 标准的要求;
- c) 清理仪表或设备表面上所有可能接触试样并影响试验结果的污染物。

6.3.3 试验材料的操作和使用

6.3.3.1 单独成套试样的鉴定

当试验(6.1)的取样包括两个或更多独立包装时,应给每个独立的直接容器指定数字或数字/字母的标签,每个试样均应盛放于有特定标签的容器。

6.3.3.2 储藏和操作

除非有其他标准规定,存储、准备和操作检测用材料时,应当使用制造商使用说明书(8.2)所推荐的设备和程序。当混合藻酸盐印膜材料时,记录每个试样的调和时间。

6.3.3.3 藻酸盐和石膏产品调和用水

制备试样用水的质量和温度应当遵循如下规定:

- 水的质量:与 GB/T 6682—2008 中规定的 3 级水相一致,可通过蒸馏、电离或反渗透获得;
- 水的温度:与制造商[8.2.3c)]推荐相一致。

6.3.3.4 制备一个试样所用材料的量

制备一个试样所用材料的量如下:

- a) 琼脂水胶体材料
 - 1 型和 2 型琼脂材料:每个试样用 1 管;
 - 3 型和 3A 型琼脂材料,当用于制备试样的一部分时,例如细节再现、与石膏配伍性、尺寸变化或拉伸粘接强度试验:用一个管装或一个弹筒装材料;
 - 3 型和 3A 型琼脂材料,当用于制备弹性回复、压应变或撕裂强度试验的整体试样时:往往使用大于一个注射筒的材料用量。
- b) 藻酸盐材料
 - 大包装的粉状和膏状材料:每次混合约 40 mL(足够制备中型尺寸印模的量);
 - 小包装的粉状材料:无论调和后量有多少,每次调和一包粉,并配以推荐体积的水。

6.3.4 盖好模具后,模拟口腔内时间/温度,进行试样成形处理

在材料完全进入试样成形装置后,整个试样装置应保存在模拟口腔印模材料就位时,材料所处的时间和温度[8.2.1c)]条件如下:

- 若装置中包含藻酸盐或琼脂/藻酸盐组合试样,应将整个装置浸泡于 $(35 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的冷却水浴中,并且与说明书推荐的印模材/托盘组合在口内保持的时间相一致;
- 若装置中仅包含琼脂材料,应将整个装置浸泡于说明书推荐的口内凝胶时间和温度条件下。

6.3.5 试验规则

当藻酸盐印模材料检测时,往往按顺序先进行工作时间的试验(7.1)和初凝时间试验(7.2),当这些检测项目得到的结果与制造商声称值[8.2.3g)]和[8.2.3h)]不一致时,试样很可能变质了,这时应当与制造商联系。

6.3.6 试验计划时刻表

对试样制备和试验过程进行计时并填写时刻表,同时应使用能精确至 1 s 且能记录 30 s 以上的计时设备。

6.3.7 合格/不合格判定

合格/不合格的判定所需最少试样数为 3 个或 5 个,如条款 7 中每个试验的第一个试样制备分条款所示判定方法如下:

- 对最少需 3 个试样的,制备并测试 3 个试样。若 3 个试样中至少 2 个试样符合相关要求,则材料合格。若无一个试样符合要求,则材料不合格。若仅有一个试样符合要求,则再加测 3 个试

样。若加测的 3 个试样全部符合要求,则材料合格;否则材料不合格。

——对最少需 5 个试样的,制备并测试 5 个试样。若 5 个试样中至少 4 个试样符合相关要求,则材料合格。若仅有 1 个或 2 个试样符合要求,则材料不合格。若仅 3 个试样符合要求,则再加测 5 个试样。若加测试样中有 4 个试样符合要求,则材料合格;否则材料不合格。

6.3.8 试验结果的表述

报告所测试的试样数、符合规定要求的试样数,以及材料是否合格。

7 试验方法

注:在任何试样开始制备之前,建议试验操作者逐条熟悉第 6 章的内容。

7.1 工作时间试验(仅适用于藻酸盐材料)

7.1.1 器具和材料(企业所用的或可用的设备组或材料)

- a) 刚性环形模具:高度为 (16.0 ± 0.1) mm,内径为 (30.0 ± 0.2) mm。
- b) 脱模剂:如硅脂,与环境或环形模具不能发生反应。
- c) 平板玻璃,约为 50 mm×50 mm,并且至少 3 mm 厚。
- d) 工作时间测试设备(见附录 A 的图 A.1),针入度计顶杆和压头的组合质量应为 (50 ± 0.5) g。

7.1.2 试样制备

7.1.2.1 制备至少 3 个试样

7.1.2.2 前期准备

程序如下:

- a) 标记并调试试验设备的基座[7.1.1d)、环形模具[7.1.1a)]和平板玻璃[7.1.1c)],以便每次测试时这些部分可以保持相同位置;
- b) 环形模具的表面涂一薄层脱模剂[7.1.1 b)];
- c) 将环形模具对准平板玻璃上的测试中心位置,并固定下来;
- d) 提起并锁定测试仪器(图 A.1)的针入度计顶杆和百分表顶杆,以便将环形模具/平板玻璃装置组放置于针入度计压头下方的中心位置处;
- e) 松开针入度计顶杆,以便压头下落后能与环形模具下方的平板玻璃的中心部位相接触。降下百分表顶杆,并与针入度计顶杆顶部相接触,记录百分表读数结果作为基准读数 a;
- f) 提起并锁定针入度计顶杆和百分表顶杆,并使针入度计压头足够高于环形模具顶部,以便能够取出环形模具/平板玻璃装置组,然后将印模材料填充到模具装置组。

7.1.2.3 试样制备和测试前的定位

将调和好的藻酸盐印模材料立即填入模具内,稍高出模具并将模具上表面刮平;然后将整个检测试样装置组放置到针入度计压头下,并将针入度计压头对准装置组的中心位置。

然后松开针入度计顶杆,并使其下降至刚好接触被测材料的上表面,锁紧针入度计顶杆连同压头于这个位置。

7.1.3 试验步骤

在说明书规定的工作时间结束前 5 s,松开针入度计顶杆的紧固螺丝,在针入度计顶杆和压头

[7.1.1 d)]的共同重力作用下,针入度计压头降至材料内部。10 s后,锁紧针入度计顶杆,并降下百分表顶杆接触其顶端,立即记录百分表度数作为读数 b 。然后计算读数 a 和 b 的差值,修约至0.01 mm,并且记录针入度计压头与玻璃板表面间的剩余材料的厚度是否符合5.4中的规定。

注:由于工作时间测试装置组中的材料没有到达初凝时间阶段,且针入度计的下降已完成,因此根据7.2.3开始测试同一个试样的初凝时间,是合理且节省时间的。

7.1.4 合格/不合格判定与结果的表示

见6.3.7和6.3.8。

7.2 初凝时间试验(仅适用于藻酸盐材料)

7.2.1 器具

器具要求如下:

- a) 刚性环形模具[7.1.1a)],涂有脱模剂[7.1.1b)];
- b) 圆柱形聚甲基丙烯酸甲酯测试杆,长约100 mm,直径约6 mm,两端抛光的划痕能够被直观地确认不会被复制放大到样品上。

7.2.2 试样制备

制备至少3个试样。如7.1.3中的注所示,用于工作时间测试的试样也可以用于初凝时间测试。完成第一次7.1.2.2所述的制备材料的三个步骤a)、b)和c),根据7.1.2.3和7.2.3进行测试。

7.2.3 试验步骤

在说明书所述的工作时间[8.2.3 g)]后5 s开始测试,放置测试杆[7.2.1b)]使其一端瞬间接触未固化的材料。然后10 s内重复接触/收回、清洁测试杆,直到测试杆能从材料中被干净地抽出来。记录这一现象发生的时间作为初凝时间,将其与5.4规定的要求进行比较。

7.2.4 合格/不合格判定与结果的表示

见6.3.7和6.3.8。

7.3 试样消毒前和消毒后细节再现性试验

7.3.1 器具和材料

器具和材料要求如下:

- a) 带线纹的细节再现性试样成型试验块(图A.2);
- b) 周边有孔的环形模具及其附件环形模具固位座(图A.3);
- c) 软泥状、膏状或蜡状材料,用于充填环形模具[7.3.1b)]周边的孔洞,以便将低稠度的琼脂材料封闭于模具中;
- d) 平板玻璃试样盖板,约50 mm×50 mm,至少3 mm厚,一面覆盖约0.035 mm厚的聚乙烯薄膜;

注:将平板玻璃试样盖板的一侧涂满一薄层脱模剂[7.1.1 b)],可以有效地将聚乙烯薄膜粘附于玻璃板上。

- e) 脱模液(仅适用于藻酸盐试样),例如为预防藻酸盐材料试样粘到划线试验块表面,可使用新制备的1%浓度的十四烷基胺的丙酮溶液;
- f) 恒温干燥箱,能将试验块的温度保持在 $(35 \pm 2)^\circ\text{C}$,以模拟口腔内的温度条件;
- g) 推荐的琼脂材料的液化、存储放置和调温所用设备,以及推荐的输送器与针头,应符合[8.2.2 a)],

还应包括按比例称取并混合藻酸盐所需的量具[8.2.3 c)];

- h) 两个水浴,根据被测试的材料确定下列用途:
 - 一个用于保持在制造商说明书可能推荐的、使琼脂印模材料经冷却后进入口腔的任何温度范围内;
 - 一个用于保持 $(35 \pm 2)^\circ\text{C}$,模拟口腔内温度,近似藻酸盐材料在口腔内固化的温度;
- i) C形夹,最小螺旋开口 40 mm,最小夹口深度 30 mm;
- j) 消毒剂,通过制造商[8.2.1 f)第2条]确定;
- k) 显微镜,具有 4 倍~12 倍的放大倍数,并配有低角度照明。

7.3.2 设备和附件的检查和调节

设备和附件的检查和调节要求如下:

- a) 用显微镜[7.3.1 k)]确定试验块的细线已被清理干净;

注:用装有碳酸氢钠浓溶液的超声波清洗设备,去除印模托盘和试验块及其附件上的藻酸盐污染物。

- b) 将试验块[7.3.1a)]置于恒温干燥箱[7.3.1 f)]中至少 15 min。

7.3.3 试样制备——琼脂材料

7.3.3.1 试样制备数量

至少制备 3 个试样。

7.3.3.2 前期准备——琼脂材料

前期准备要求如下:

- a) 使每种类型用于制备试样的材料都达到推荐的液化温度[8.2.2 b)],然后立即将包装管或输送器放入推荐的存储温度水浴[8.2.2 b)]中,保持到下一步挤出材料前;
- b) 临近试样制备时间的时候,将管包装的 1 型和 2 型材料放于推荐的调和温度的水浴[8.2.2 b)]中。

7.3.3.3 试样制备步骤——琼脂材料

7.3.3.3.1 试样制备和制备后步骤——1 型和 2 型琼脂材料

材料被放入推荐的调温温度后,在 30 s 内完成以下步骤:

- a) 将周边有孔的环形模具放于环形模具固位座[7.3.1b)]上,并将这两部分组成的组件放置于从恒温干燥箱中取出的试验块的肩台上,形成试样成型腔;
- b) 紧接着立即将调和好的材料直接挤入成型腔,并与试验块表面的 a 线、b 线和 c 线接触,然后使材料充满整个细线的全长;
- c) 向成型腔内挤入足够的材料,使其稍微溢出后,立即慢慢压下聚乙烯薄膜覆盖的玻璃板,挤压出多余的材料,直到玻璃板接触成为成型腔边缘的环形模具上表面;
- d) 用 C 形夹[7.3.1 i)]夹紧与成型腔的环形模具上表面接触的玻璃板,形成完整的试样;
- e) 紧接着,以一定的温度和推荐的口腔内冷却印模的时间[8.2.1 c)],将试样组合模具在水浴[7.3.1 h)]中浸泡;
- f) 经模拟口腔内的时间和温度(6.3.4)处理后,按以下步骤完成试样的最终制备:
 - 从试验块和环形模具固位座上分离印模材料/环形模具组合;
 - 用水冲洗材料模具组合;
 - 用柔和的气流去除细刻线表面积水。

注：不能干燥表面。

7.3.3.3.2 试样制备和制备后步骤——3型和3A型琼脂材料

以类似1型和2型材料的方法制备试样，除了以下两个步骤：

- 将装满材料的输送器从存储温度处理的水浴中直接取出后(7.3.3.2)，挤出的材料；
- 挤出仅够覆盖试验块表面刻线的3型或3A型材料到成型腔。用1型或2型琼脂材料推挤先期挤入的3型材料进入刻线，并完成过量充填成型腔的要求。用匹配的藻酸盐材料推挤3A型材料进入刻线。

7.3.3.4 前期准备——藻酸盐材料

为了形成藻酸盐的整体或部分试样，涂布一薄层脱模液[7.3.1 e)]覆盖试验块的表面，称取藻酸盐材料准备调和。

7.3.3.5 试样制备和制备后步骤——藻酸盐材料

遵循与琼脂材料基本相同的步骤顺序，以下条目除外：

- 在规定的工作时间前30 s，将约6.5 mL的混合材料放在试验块的近似中心处；
- 在规定的工作时间前15 s，缓慢地并没有任何扭转地将覆盖聚乙烯薄膜的玻璃板[7.3.1 d)]压向溢出的藻酸盐，并使多余的藻酸盐材料挤出环形模具腔；
- 然后用C形夹[7.3.1 d)]将玻璃板与周边有孔的环形模具上表面压接在一起，完成最终的试样成型；
- 将试样模具组合暴露于模拟口腔的温度下(6.3.4)。

7.3.4 试验步骤

从模具上将样品分离下来后，立即用显微镜[7.3.1 k)]检查未经消毒(见表1的要求)的试样表面的细线与细节复制装置的一致性。如果样品符合，继续下面的步骤。否则，试样不符合。

注：在观察复制细节和石膏配伍性试样，判断在复制材料表面是否再现了所需的线，以及评价石膏的配伍性时，不同颜色的材料可能需采用不同强度的光线(正上方和/或显微镜照明设备)或不同颜色的滤光片，或两者皆需要。

完成测试之后根据制造商说明书[8.2.1 f)]，立即对试样进行初步消毒，然后再次检查处理后的试样，与消毒前试样细节再现性的要求进行比较。

7.3.5 合格/不合格判定与结果的表示

见6.3.7和6.3.8。

7.4 与石膏的配伍性试验

7.4.1 器具和材料

器具和材料要求如下：

- 琼脂、藻酸盐或琼脂/藻酸盐印模材料的试样组合应根据7.3.3或7.3.4进行制备和处理，并且与消毒前和消毒后的细节再现性的要求相一致；
- 消毒处理剂，根据[8.2.1 f)第3条]推荐；
- 开口模具(图A.4)，顶部表面有机械加工的凹槽，连同—个配套锁紧机构用于关闭开口，例如螺旋锁紧式管箍；

注：使用开口模具时，需要在石膏试样形成期间，将模具锁紧到开口被关闭。随后，待石膏试样固化后，释放锁紧

力,开口自行放开,试样可轻松取出。用黄铜合金制造的模具应该有足够高的弹性应变极限,允许开口被反复关闭和张开,其宽度不发生明显的永久性缩小变形。

- d) 脱模剂:如硅脂,与开口模具[7.4.1 c)]及石膏[7.4.1 f)]不能发生反应;
- e) 显微镜[7.3.1 k)];
- f) 两种牙科石膏产品[8.2.1 f)第4条]:
 - 3型牙科人造石模型石膏;
 - 4型或5型高强度牙科人造石模型石膏。

7.4.2 试样制备

7.4.2.1 试样制备数量

每种石膏产品检测,应至少制备3个试样。

7.4.2.2 前期准备步骤

前期准备步骤如下:

- a) 确定石膏制品[7.4.1 f)]是否符合初凝时间和 YY 0462—2018 的细节再现性的要求。不使用任何不符合这些要求的石膏;
- b) 在开口模具[7.4.1 c)]内表面及开口面涂一薄层脱模剂[7.4.1 d)],然后用锁紧机构关闭开口;
- c) 使用任一消毒剂[7.4.1 b)],可以是说明书推荐的在浇注石膏前处理印模用的消毒剂;
- d) 将环形模具/印模材料试样装置组带刻线面朝下,装配并临时固定于开口模具的凹槽中,然后将整个装置组合翻转过来,以便接下来灌注石膏;
- e) 按比例混合水/石膏组分,根据石膏制造商使用说明书的水/粉比规定[8.2.3 c)],用 120 g 石膏与对应的所需体积的水调和。

7.4.2.3 试样制备步骤

从口腔内取模到推荐的开始浇注模型时间内[8.2.1 e)],可接受的流逝时间为 1 min,在这 1 min 结束前,开始混合石膏。

混合完成后,将石膏调和物在机械震荡下沿模具腔内表面倒入,使之覆盖试样表面一侧的突起的 a 线、b 线、c 线的一端,随后使其逐渐流至线的另一端。然后在模具腔内不足之处加入足够的石膏。

除非制造商说明书对石膏或印模材料另有规定,将此石膏/印模放于室温,放置时间为此前按 [7.4.2.2 a)] 测定的石膏初凝时间后 45 min。然后从模具中取出石膏试样,立即开始试验程序。

7.4.3 测试步骤

用显微镜[7.4.1 e)]检查石膏试样表面的复制线 a 线、b 线或 c 线,是否与表 1 的规定一致。

7.4.4 合格/不合格判定与结果的表示

见 6.3.7 和 6.3.8。

7.5 弹性回复试验

7.5.1 器具及材料

器具及材料要求如下:

- a) 带固定圈的试样成形对开模具(图 A.5);
- b) 脱模剂,如硅脂[7.1.1 b)];

- c) 两块玻璃板,约 50 mm×50 mm,至少 3 mm 厚,每个玻璃板均有一面覆盖着约 0.035 mm 厚的聚乙烯薄膜;
- d) C 形夹[7.3.1 i)];
- e) 两个水浴[7.3.1 h)];
- f) 恒温干燥箱,能将温度保持在 $(35\pm 2)^{\circ}\text{C}$,模拟对开模具在口腔内温度的条件;
- g) 玻璃或金属测试板,约 15 mm×15 mm,厚 2 mm;
- h) 试验装置:如图 A.6,装有精度为 0.01 mm 的百分表。百分表顶杆能施加连同测试板[7.5.1 g)]的质量共计 $(0.6\pm 0.1)\text{N}$ 的初试力。设定测试仪器上的限位块,将对试样的压缩量限定到 $(4.0\pm 0.1)\text{mm}$ 。

7.5.2 试样制备

7.5.2.1 制备至少 5 个试样。

7.5.2.2 前期准备如下:

- a) 在固定圈内面及对开模具所有表面[7.5.1 a)]涂上一薄层脱膜剂[7.5.1 b)];
- b) 将试样成型模具和一块覆盖聚乙烯薄膜的玻璃板[7.5.1 c)]放到模拟口腔内部温度的恒温干燥箱[7.5.1 f)]内,至少 15 min;
- c) 使琼脂材料处于存储温度或调温过程,用于形成印模所推荐的条件[8.2.2 b)]下,以及保持其准备形成试样的状态;
- d) 将藻酸盐材料按照组分比例调和。

7.5.2.3 试验步骤中试样的制备和放置

在琼脂材料达到推荐的存储或调温温度[8.2.2 b)]后,或在藻酸盐调和完成后 60 s 内完成以下 6 个步骤的前 5 个,然后再完成后续步骤:

- a) 将固定圈放于一块盖有聚乙烯薄膜的玻璃板中心,用混合好的藻酸盐印模材料或处于推荐的存储或调温温度的琼脂材料,在固定圈腔体内充填一半以上的材料;
- b) 将两半对开模具从恒温干燥箱中取出后,对齐并压入固定圈内的印模材料,直至其底部与盖有聚乙烯薄膜的平板玻璃接触,并使印模材料溢出对开模具顶部;
- c) 将顶部玻璃盖板从恒温干燥箱中取出,覆盖聚乙烯薄膜后,将其盖到材料上,使多余的材料排出;
- d) 随后用 C 形夹[7.5.1 d)]夹紧,使对开模具的上下表面与板接触,以便最终形成试样;

注:为了防止玻璃板破裂,可用刚性金属板或备用的树脂板放置于玻璃板与 C 形夹之间。

- e) 将该试样模具组合放置于适当的模拟口腔内温度或冷却水温度的水浴中[7.5.1 e)],放置时间为印模按照规定在口腔内放置的时间[8.2.1 c)];
- f) 在完成水浴处理后 40 s 内,将试样从模具组合内取出,将玻璃或金属测试板[7.5.1 g)]放于试样顶部表面,随后将它们一起放于测试仪器基座[7.5.1 h)]正中,试样中心与百分表顶杆的轴线重合,如图 A.6。

7.5.3 试验步骤

按下列时间表操作, t 为将试样从水浴中取出的时间:

- $t+45\text{ s}$:轻轻将百分表顶杆接触试样顶部的测试板;
- $t+55\text{ s}$:读取百分表读数,记为 h_1 ;
- $t+60\text{ s}$:通过测试仪器上的限位块,在 1 s 内使试样被压缩 $(4.0\pm 0.1)\text{mm}$,保持 5 s;
- $t+66\text{ s}$:5 s 后,松开压缩力,抬起并固定百分表顶杆,使之与试样上方的测试板脱离接触;

注:在试验时为减少在施力过程中试样的侧向移位,可在与试样上下表面接触的仪器的基座表面及测试板表面各

覆盖一张砂纸(约为 ISO 标准筛目数 P1200)。

—— $t+96$ s:轻轻将百分表顶杆放回试样顶部的测试板上;

—— $t+106$ s:读取百分表读数,记为 h_2 。

7.5.4 结果的计算

用式(1)计算每个试样的弹性回复百分比 K ,修约到 0.1%:

$$K = 100 - \left[100 \times \left(\frac{h_1 - h_2}{h_0} \right) \right] \dots\dots\dots (1)$$

式中:

h_0 ——对开模具的高度;

h_1 —— $t+55$ s(试样形变前)时的百分表读数;

h_2 —— $t+106$ s(形变力从试样上完全移开后 40 s)时的百分表读数。

如果有试样的值为不合格,将试样沿轴向或纵向等分为 8 份,检查每部分的缺陷,如可能导致试样不合格的气泡等。在合格/不合格的判定中,舍弃有缺陷试样的数据。

7.5.5 合格/不合格的判定及结果的表述

见 6.3.7 和 6.3.8。

7.6 压应变试验

7.6.1 器具和材料

a) [7.5.1 a)]至[7.5.1 f)]列出的在 7.5 中用于制备样品的所有器具;

b) 试验仪器,如图 A.7 所示,装有精度为 0.01 mm 的百分表。

7.6.2 试样制备

制备至少 5 个试样。

按弹性回复试验的步骤制备试样,但测试板[7.5.1 g)]不放于试样上。

7.6.3 试验步骤

将试样从成形组合模具中取出后立即放于试验仪器[7.6.1 b)]的基座上,使其中心沿轴向对准负荷杆底部正中央。按下列时间表试验, t 为试样从模拟口腔内温度或冷却水温度的水浴中取出的时间:

a) $t+45$ s:缓慢地放下仪器的负荷杆使之直接与试样顶部接触,对试样施加 (1.2 ± 0.1) N 的初始负荷;

b) $t+80$ s:快速依次开始并完成以下 5 个步骤:

——固定负荷杆的位置;

——降低百分表测量杆,使之接触负荷杆的顶端;

——记录百分表读数 h_1 ,修约至 0.01 mm;

——将百分表的测量杆从接触负荷杆的位置处提起并锁住;

——将所需的 (12.2 ± 0.1) N 的总负荷(图 A.7 说明 2)加到负荷杆上;

c) $t+90$ s:松开负荷杆,在 10 s 内使其缓慢降下,并保持负荷;

d) $t+120$ s:锁住负荷杆,使百分表测量杆接触点再次接触负荷杆的顶端,记下百分表读数 h_2 。

7.6.4 结果计算

用式(2)计算每个试样的压应变百分率 E ,修约至 0.1%:

$$E = 100 \times \left(\frac{h_1 - h_2}{h_0} \right) \dots\dots\dots (2)$$

式中:

E —— 压应变百分率;

h_0 —— 对开模具的高度;

h_1 —— 施加初始负荷 30 s 后的百分表读数;

h_2 —— 施加总负荷 30 s 后的百分表读数;

按 7.5.4 最后一段所描述的程序,检查不合格试样。

7.6.5 合格/不合格判定与结果的表示

见 6.3.7 和 6.3.8。

7.7 抗撕裂性试验

7.7.1 器具和材料

器具和材料要求如下:

a) 试样成型模具(图 A.9),具备能够为试样提供 (4.0 ± 0.5) mm 厚度的深度;

注:根据试验夹具性能不同,试样厚度可在规定的允差内变化。采用附录 A 中描述的方法,将抗撕裂试样安装于试验仪器夹具中,适合在允差范围内使用不同厚度的试样。

b) 聚乙烯薄膜,厚度约为 0.035 mm,且长、宽的尺寸约与构成模型腔的模具盖和底板的尺寸相一致(图 A.9);

c) 脱模剂,如硅脂[7.1.1 b)];

d) 恒温干燥箱,保持 $(35 \pm 2)^\circ\text{C}$;

e) 2 个水浴[7.3.1 h)];

f) 试样垫板。将成形的试样放置其上,用于冲模试样时使用。垫板的长和宽的尺寸应接近于成形的试样;

注:垫板可由多层防水纸组成,也可以是树脂或蜡板,垫板的厚度取决于试样片和成板材料切削时的抵抗能力。

g) 冲模 C(ASTM D624 Die C),切下的试样尺寸如图 A.8 所示;

注:符合要求的抗撕裂性试样应是如图 A.8 所示,也可以是由机械加工或模具制备的样品。

h) 试样厚度测量仪,如安装在常规的百分表基座上的百分表。百分表精度为 0.01 mm,测量范围不超过 10 mm,有一个 10 mm 直径的盘状接触点和一个可伸缩测量杆,总压力不可超过 22 kPa;

i) 试验机,能够以 500 mm/min 的速率试验,并且能测量至少 50 N 的拉伸力。

7.7.2 试样制备

7.7.2.1 试样制备数量

制备至少 5 个试样。

7.7.2.2 前期准备

7.7.2.2.1 适用于所有的试样:

——在试样成型模具(图 A.9,图注 4)的上盖下表面涂上一薄层脱模剂[7.7.1 c)];

——也可以用一张聚乙烯薄膜[7.7.1 b)]代替用于涂满模具盖表面的脱模剂;

——将试样成型模具不加盖放入恒温干燥箱[7.7.1 d)]中至少 15 min。

7.7.2.2.2 仅适用于琼脂试样:控制液化、存储放置和调温程序,应与形成印模的要求相一致。

7.7.2.2.3 仅适用于藻酸盐试样:确定粉/液或膏/膏各组分的混合比例。

7.7.2.3 试样片制备步骤:

- a) 待测的琼脂印模材料准备就绪,或藻酸盐材料混合完成;
- b) 从恒温干燥箱中取出试样成形模具;
- c) 模具从恒温干燥箱取出后,在 60 s 内完成以下 3 个步骤:
 - 用印模材料稍超填试样成型腔;
 - 将聚乙烯薄膜覆盖的试样模具盖压紧成型腔边缘,挤出多余的材料并使试样最终成形;
 - 在说明书推荐的从口腔中取出印模的时间[8.2.1 c)],将试样成形组合放入适宜的冷却水或口腔温度的水浴[7.7.1 e)]中。

7.7.2.4 试样的塑形和进一步制备步骤

试样成形组合从水浴环境中取出后,在 90 s 内完成下列步骤:

- a) 从模具中将成形的试样取出,放于试样垫板上[7.7.1 f)];
- b) 用冲模[7.7.1 g)]按预期的形状切出试样(图 A.8);

注 1: 如果用一个如 7.7.1.g) 注 3 所描述的试样成形模具来制备试样,得到的试样要准备在从成形模具上取下后,立即进行厚度测量和力学测试。

注意——在随后的步骤中,试样的操作应非常小心,在试验载荷加载前,应避免试样的切口区域受力。

- c) 在试样的最靠近 90°角凹口尖端的中心点,用仪器[7.7.1 h)]测量试样的厚度,并记录测量值。

注 2: 在厚度测量时,为避免试样受压力的影响,可能需要增加仪器基座的外形尺寸,以便为试样的下表面提供全面支撑。

- d) 试验机 [7.7.1 i)] 的夹持机构,应能对齐和保护试样,测试时应考虑以下因素:

——经验表明,用气动夹具夹持印模材料试样的最适宜气压为 83 kPa(12 psi);

——根据夹具表面的情况,为了有效地夹持试样,必要时可以在夹具表面粘上砂纸(约为 ISO 标准筛目数 P280)。

注 3: 按照附录 B 描述的方法夹持固定试样时,不必考虑这些问题。

7.7.3 试验步骤

用夹具固定试样后,立即以 500 mm/min 的速度施加拉伸载荷,直至试样断裂。记录断裂时的力值。

7.7.4 结果计算

用式(3)计算每个试样的抗撕裂性,修约至 0.01 N/mm:

$$T_s = \frac{F}{d} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

T_s ——抗撕裂性,单位为牛每毫米(N/mm);

F ——最大力,单位为牛(N),导致试样断裂;

d ——试样的厚度,单位为毫米(mm)。

7.7.5 合格/不合格的判定及结果的表述

见 6.3.7 和 6.3.8。

7.8 线性尺寸变化试验(仅适用于与藻酸盐相匹配的 3A 型琼脂材料)

7.8.1 器具及材料

器具及材料要求如下:

- a) 细节再现性试验(7.3.1)制备和测试 3A 型材料所需的所有器具和材料;
- b) 测量显微镜:精度 0.01 mm,具有 4 倍~12 倍的放大倍数,测量范围至少 30 mm。

7.8.2 试样制备

7.8.2.1 试样制备数量

制备至少 5 个试样。

7.8.2.2 前期准备

7.8.2.2.1 测量检验试验块的准备和放置:

- a) 试验开始前超声清洗试验块,清除试验细线上的所有污染物[7.3.2 a)下的注];
- b) 将试验块放置于显微镜样品座或样品台[7.8.1 b)]上, d_1 线在右侧, c 线在下方,见图 A.10,图注 1;
- c) 使显微镜的十字线 X 轴与 c 线平行,并低于 c 线约 0.03 mm,见图 A.10,图注 5 和注 6;
- d) 调节显微镜载物片或样品台,使十字线 Y 轴位于试验块 d_1 线的右外侧至少 0.1 mm。

7.8.2.2.2 试验块的线长度测试步骤

按下列步骤操作,并注意:按 7.8.2.2.1 d)的最后步骤放置试验块后,在随后的任何一点的移动中,显微镜台面移动的方向决不能反向移动,直至完成 d_1 线与 d_2 线间的最后测量,并记录。

- a) 调节显微镜载物片或样品台,使十字线 Y 轴的左侧与 d_1 线的内侧平齐[见图 A.10 c),图注 5],停止移动后,记录此位置的读数作为初始基准测量值;
- b) 调节十字线,同样使 Y 轴的左侧与 d_2 线的内侧平齐[见图 A.10 c),图注 6],停止移动后,记录此位置的读数作为最终基准测量值;
- c) 计算并记录初始与最终测量值之差。再重新测量两次 d_1 线与 d_2 线间的距离。计算并记录 3 次测量结果的平均值,作为试验块 d_1 线与 d_2 线之间的 c 线的基准距离 L_1 。

7.8.2.3 试样制备和预试验测量

按照 7.3 中指定的过程,对每一个由 3A 型和所匹配的藻酸盐组合的细节再现试样进行成型、处理和测试。

7.8.3 试验步骤

在每个试样均按照细节再现试验要求制样(见表 1)后,将试样放置于显微镜的基座或样品台上,试样的线长测量基本上等同于试验块的线长测量(7.8.2.2.1 和 7.8.2.2.2),除了以下内容:

- a) 将试样放置在试验仪器的底座或台面上,将 d_2 线向右靠,以便开始用显微镜十字线的 Y 轴左边缘精确对准 d_2 线的内侧边缘测量距离,如图 A.10,图注 4;
- b) 只记录一个 d_2 线与 d_1 线之间距离的测量值,作为 L_2 。

7.8.4 结果计算

用式(4)计算每个试样的尺寸变化,修约至 0.1%:

$$\Delta L = 100 \times \left(\frac{L_2 - L_1}{L_1} \right) \dots\dots\dots (4)$$

式中:

L_1 ——试验块[7.8.2.2.2 c)] c 线上, d_1 线与 d_2 线间的 3 次测量值的平均值;

L_2 ——印模材料试样的 c 线上, d_2 线与 d_1 线间的 1 次测量结果。

7.8.5 合格/不合格的判定及结果的表述

见 6.3.7 和 6.3.8。

7.9 拉伸粘接强度试验(仅适用于 3A 型和所匹配的藻酸盐组合的试样)

7.9.1 器具

器具要求如下:

- 上下对开式的拉伸试样成形模具[图 A.11 和图 A.13 b)];
- 试样装配组调直和支撑槽[图 A.12.a)];
- 对开圆管式试样支撑环,其直径和长度尺寸,应与固定于试样调直槽上的试样装配组基座支撑环,及给试样提供静载砝码的铅粒小筒下面的末端开口管的空间尺寸相匹配[图 A.12a)和 b)];
- 金属或树脂圆片,直径约 25 mm,厚度约 1.5 mm,用于挖出藻酸盐印模材料,形成注入琼脂的凹陷窝[图 A.13 b)和图注 8];
- 稳定的负载,局部为管状[图 A.12 b)和图 A.13 a)];
- 1 个恒温恒湿箱,能保持 $(35 \pm 2)^\circ\text{C}$ 模拟口腔内环境温度,和 $(95 \pm 5)\%$ 相对湿度;
- 拉力试验机,能够测试至少 50 N 的拉伸力,试验速率为 500 mm/min。

7.9.2 试样制备

7.9.2.1 制备至少 5 个试样。

7.9.2.2 前期准备步骤如下:

- 测量成对的拉伸试样成形模具的两个管口,记录每个管口的直径。然后以较小管口直径的拉伸成形部件作为整个组件的下部件。标记每个拉伸试样成形部件,以分辨此部件为整个组件的上部或下部;
- 将 3A 型琼脂印模材料加热液化,然后保持在存储温度[8.2.2 b)]下,以便制备试样时输送器能够顺畅挤出;
- 按比例调和所匹配的藻酸盐混合物的组分;
- 将拉伸试样成形模具的部件组装起来,[图 A.11 d)];
- 固定试样调直槽[7.9.1 b)],使其长轴稍微偏离垂线(约 20°),并使试样装配组基座支撑环位于下端。

7.9.3 试样制备步骤

调和藻酸盐印模材料,并在调合完成后 45 s 内完成以下 8 个步骤:

- 移动全部调合材料到调和碗的一边,以便调合物能逐次塞入上下对开式成形模具[7.9.1 a)]的管口,并稍超填于每个试样成形模具;
- 将上半部成形模具充填至溢出,刮去管口多余的材料,倒置这半个模具,将顶部的平面向下,暂时放置于对开圆管式支撑环[7.9.1 c)]的顶部表面;
- 将藻酸盐充填入下半部成形模具,并溢出。刮去模具管口多余的材料,并用圆片[7.9.1 d)]在开口模具(图 A.13,图注 8)管口的藻酸盐上挖出一个均匀的凹陷窝;
- 将下半部模具静置于固定在铝 V 型槽[图 A.13a)]的支撑环上,并将盖子的平面放在支撑环的上表面,使盖子的侧面与槽壁接触,盖子定位销朝向 V 型槽的顶角[图 A.13a),图注 6];
- 将液化的琼脂稍超充填注射到下半部模具内的藻酸盐凹陷窝处,注射时注射头不能接触凹陷窝的表面;
- 小心地将上半部模具的管口边缘对齐并接触放置在 V 型槽内的下半部模具的管口边缘,完成

试样的成形；

- g) 使静载砝码(图 A.13,图注 7)的管状端反扣在试样模具组合的上半部模具的盖上,以便使上下两部分稳定对齐。

注:一个有经验的实验人员执行上述试样制备程序是可能的,但两个人按照试验进度表制备试样,就像在临床操作中牙医和他们的助手合作一样,会更加容易一些。

- 完成前面的步骤后,立即将试样、V 型槽和静载砝码等组合装置转移到模拟口腔内环境温度和湿度的恒温恒湿箱[7.9.1f)]中。转移和恒温恒湿箱的储存过程中,应保持组合装置的相对位置,使 V 型槽末端稍稍提高(约与水平面成 20°角),从而将琼脂/藻酸盐试样界面受力的可能性减到最小;
- 将整个装配组一直保持在恒温恒湿箱里,直到说明书中推荐的从口腔中取出藻酸盐印模和琼脂印模材中固化时间较长者的时间[8.2.1 c)];
- 此后立即移出整个组合装置,并将试样从 V 型槽中取出,清除连接在一起的两个上下对开式成形模具周围的多余印模材料,快速目测检查整个试样的同轴性。不应使用不同轴的试样进行试验。

7.9.4 试验步骤

从恒温恒湿箱中取出后,在 30 s 内,小心地将试样安装到拉伸试验设备[7.9.1 g)]上,并立刻以 500 mm/min 的试验速度开始加载,直至试样断裂。

记录 5 个试样的断裂力,修约至 1 N。

7.9.5 结果计算

用式(5)计算每个试样组合的拉伸粘接强度,修约至 10 kPa:

$$B = \frac{F \times 1\,000}{A} \dots\dots (5)$$

式中:

B —— 拉伸粘接强度,单位为千帕斯卡(kPa);

F —— 试样断裂力,单位为牛顿(N);

A —— 下半部试样粘接管口内径平面的表面积,单位为平方毫米(mm²)。

7.9.6 合格/不合格判定与结果的表示

见 6.3.7 和 6.3.8。

8 标签和使用说明书的要求

8.1 标签

销售包装的标签,包括主要的大包装容器但不涵盖辅助包装(瓶、袋、罐、盒等),应具有以下可能适用的信息:

- a) 产品名称(商标名称);
- b) 制造商名称,或由在市场出售不同品牌材料的制造商授权的另一个公司的名称;
- c) 使用截止日期(有效日期)。下面的两个例子中,每个例子都根据 ISO 8601《数据存储和交换形式 信息交换 日期和时间的表示方法》中的条款所述,可用 6 位数字表示;

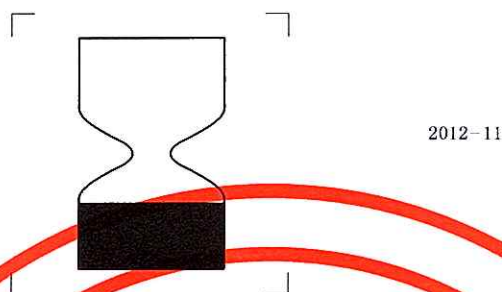
例 1:包括文字和数字

使用截止至 2012-11

其中,

“使用截止至”这词的意思是:如果一种产品的使用时间超过界定的期限后,则会有可能提供不了最佳的使用结果。并且6位数字中的前4位数字代表年份-2012年,后两位数字代表月份-11月,在这月之后的产品不应再被使用。

例2:在ISO 15223-1中描述,可以用标准的沙漏符号,及其后的6位数字表示,见下例:



其中,沙漏标志代表词语“使用截止至”,6位数字代表相同的日历日期,解释如例1。

- d) 未开封包装的存储条件,包括温度范围和(或)其他推荐的条件;
- e) 对琼脂印模材料,还应标明类型:如1型、2型、3型或3A型,或描述类型的用语:如高稠度、中等稠度、低稠度或用于可逆—不可逆材料系统的低稠度;
- f) 最小净重(g或kg)或净体积(mL),或适用时,一个零售包装中提供独立单元包装容器的数量,和每个这样的包装的最小净重;
- g) 批号。

8.2 使用说明书的要求

每个为零售市场准备的印模材料包装,应提供符合材料应用的完整的使用说明书,并且在说明书中没有插入促销信息。

8.2.1 本标准包括所有水胶体印模材料——琼脂和藻酸盐要求如下:

- a) 产品名称(当说明书是以独立于包装标签的内插页形式存在时);
- b) 用于跟踪用户避免因材料吸潮污染或水分损失而降解的程序;
- c) 印模从印制完成到取出,在口内放置的最短时间;
- d) 从口中取出印模后和消毒开始前的任何印模所需的处理;
- e) 从口中取出印模到石膏模型浇注开始之间的最大允许时间间隔;
- f) 制造商或其他被制造商委托的以不同商品名制造材料的其他公司的普通邮件地址、电话号码或电子邮件地址,用户可以通过这些联系方式:
 - 查询材料的特点;
 - 获得至少一个消毒产品的确认。已经发现通过一般有效成分(戊二醛、次氯酸盐、碘伏等)对消毒被试验材料的印模是有效的,不会损坏表面质量和尺寸;
 - 获得与材料的印模消毒有关的详细的说明书,包括印模中浇注石膏之前的所有消毒处理;
 - 提供至少两个牙科石膏产品名,既符合YY 0462—2018的要求,也可以用于由印模材料制造商建立的印模材料匹配性试验的依据:一个3型产品(牙科人造石模型石膏)和一个4型或5型产品(高强度牙科人造石)。

8.2.2 仅适用于琼脂水胶体印模材料的附加说明书要求如下:

- a) 若适用,材料的液化、存储和调和所需设备和推荐注射用的输送器和针头的种类;
- b) 用于液化、存储、挤压和(或)调温,所推荐的时间、温度和程序;
- c) 在从输送器或管挤出前,材料放置于存储温度的最大允许时间;
- d) 警告用户,如果3型和3A型材料在52°C以上温度被挤压到口腔组织上,会引起口腔组织的

疼痛或损伤；

- e) 在液化/存储周期中,应有推荐的程序,防止材料吸水或过多的水分流失；
- f) 被推荐的循环冷却水温度范围,以及口腔内冷却印模的时间；
- g) 材料在未开封的主容器管中首次暴露于液化/凝胶周期以后,可以经历应用液化的次数；
- h) 在可逆/不可逆印模材料系统中,与 3A 型琼脂材料按使用配方制备的组合藻酸盐印模材料的信息说明。

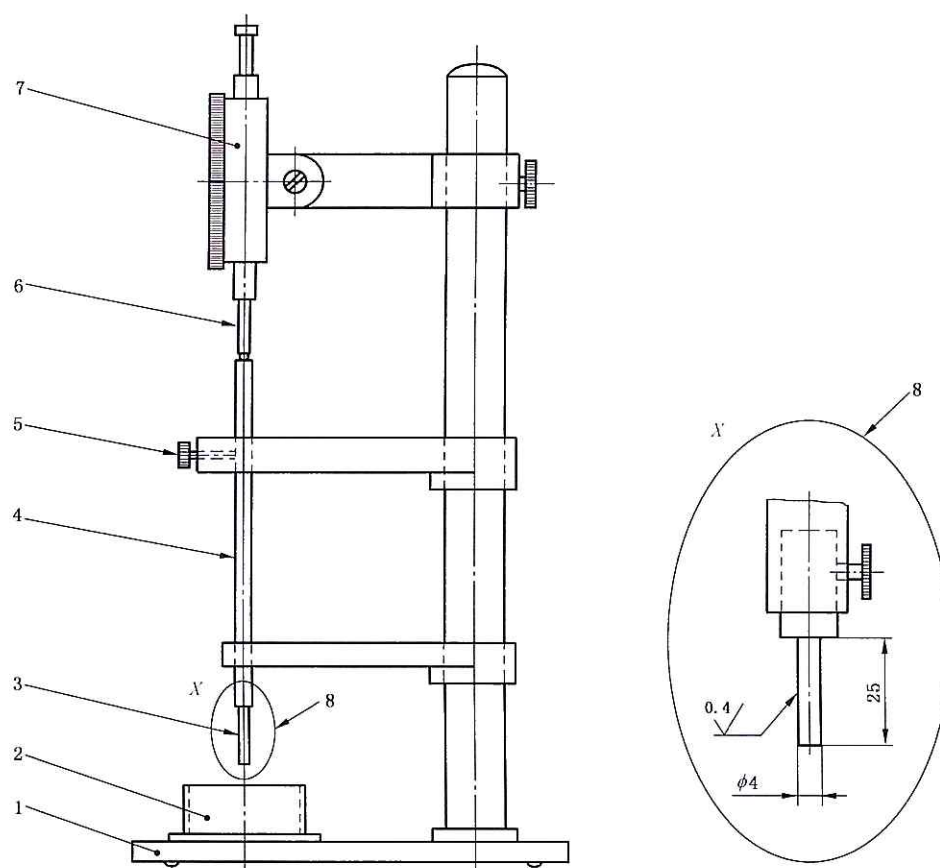
8.2.3 仅适用于藻酸盐水胶体印模材料的附加说明书要求如下：

- a) 在使用粉末材料过程中会吸入粉尘的警告；
- b) 混合前粉末所需的任何处理,要确保统一的粉末粒度分布；
- c) 以粉末形态供应的材料,要推荐：
 - 调合粉末的水的等级；
 - 调合用水的温度；
 - 粉/水比例(g/mL)；
- d) 对于膏体/膏体材料——质量/质量的比例；
- e) 推荐的调和装置及其使用程序；
- f) 当操作者有充足经验后,调和材料至均匀调和物的所需时间范围；
- g) 工作时间；
- h) 初凝时间；
- i) 能够显著地影响水/粉、膏体/膏体藻酸盐调和物的工作时间和初凝时间的操作因素：
 - 用于粉末材料的混合用水的离子含量；
 - 水/粉和膏体/膏体的比例；
 - 室温或调和水温度；
 - 使用前潮湿对粉末或材料的污染；
 - 调和装置的污染；
 - 调和的速度和摩擦力。

附 录 A
(规范性附录)
试验用设备及配件的示意图

本附录中的所有附图,除了图 A.6 和图 A.13,均为所描述的仪器部件和配件标明了尺寸。在 6.3.2 和标准正文的设备和材料子条款中的其他有帮助的相关信息,被提供于图的关键部位。

单位为毫米

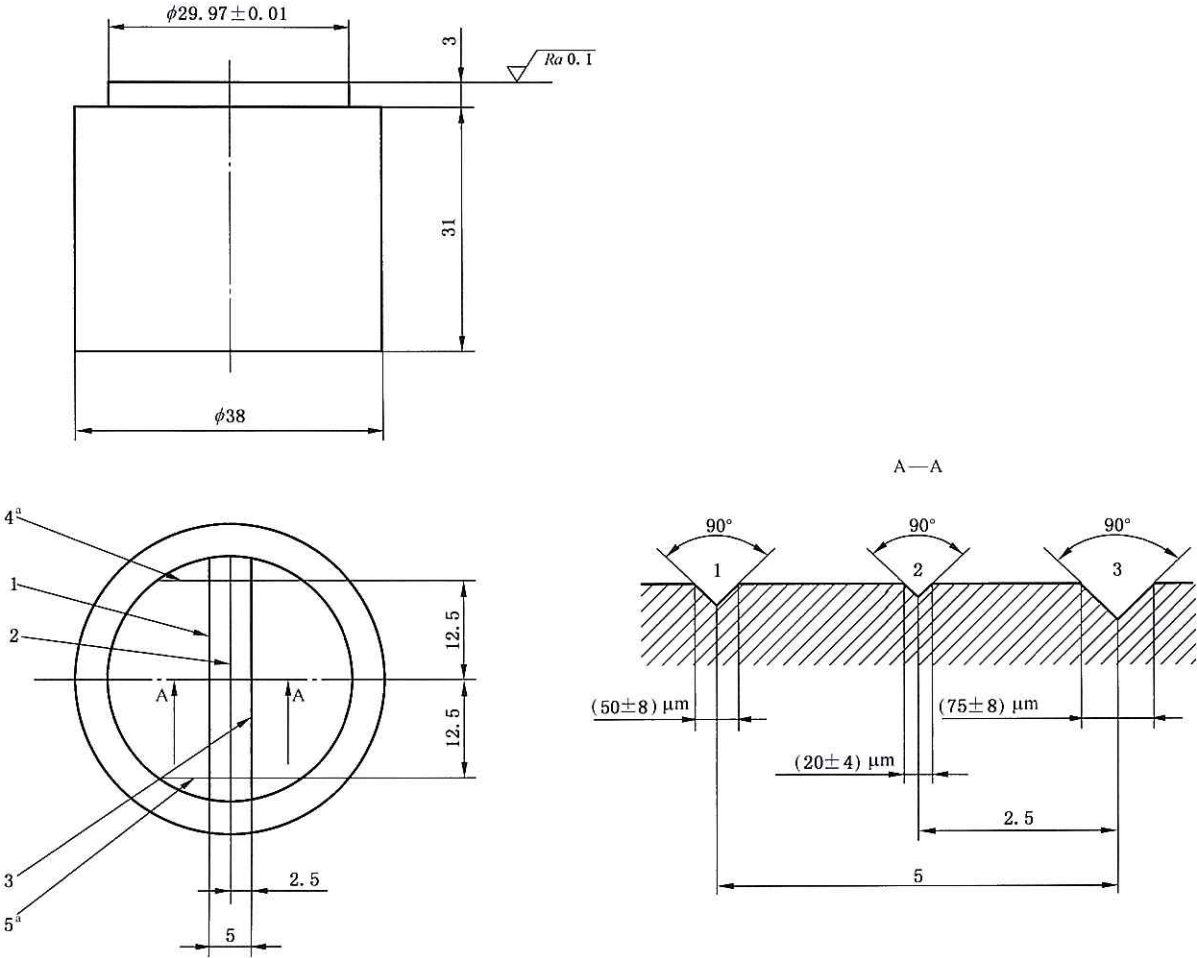


说明:

- 1——设备基座;
- 2——容纳试样的模具环/玻璃板组合;
- 3——试验装置针入度计压头;
- 4——带附加压头的针入度计顶杆:总质量 50 g;
- 5——顶杆锁紧销或锁紧螺丝;
- 6——百分表测量杆;
- 7——精度为 0.01 mm 的百分表;
- 8——针入度计压头与顶杆的连接方式,及其相关尺寸。

图 A.1 工作时间仪器——藻酸盐印模材料

除另有规定外,尺寸以 mm 为单位,尺寸公差应为 ± 0.1 mm。
 试验块应由耐蚀奥氏体钢铸造或锻造而成。



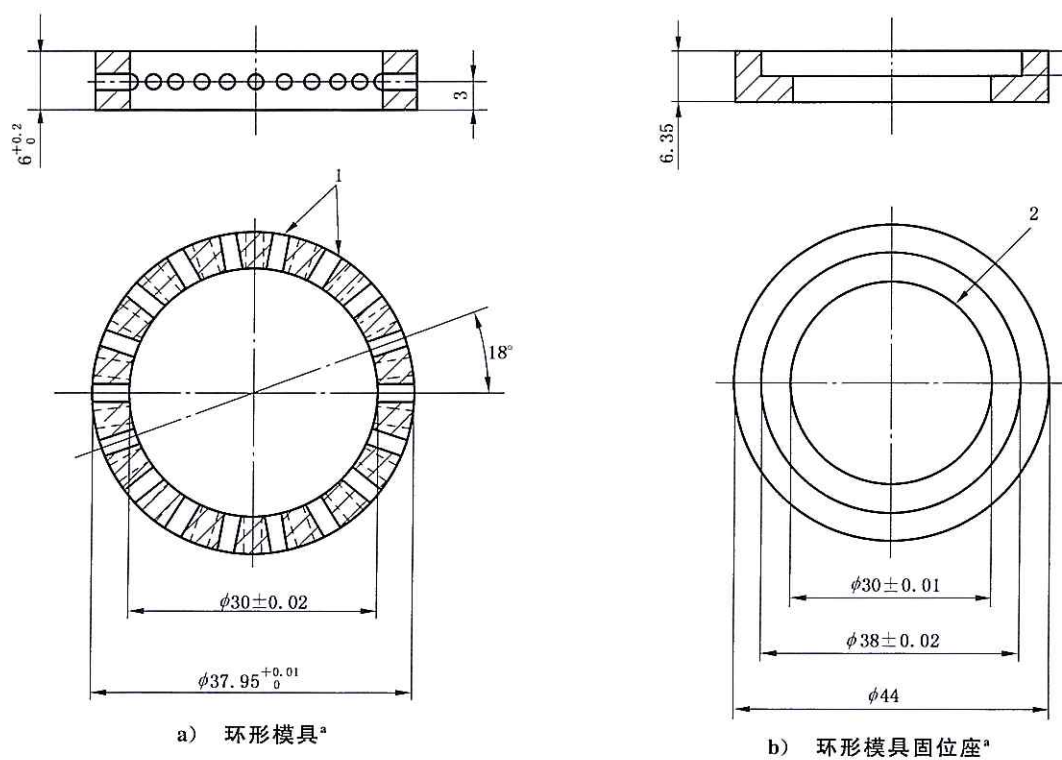
说明:

- 1——a 线;
- 2——b 线;
- 3——c 线;
- 4——d₁ 线;
- 5——d₂ 线。

^a d₁ 线和 d₂ 线应与 c 线宽度相同。

图 A.2 细节再现性试验——刻有细线的试验块

单位为毫米



说明:

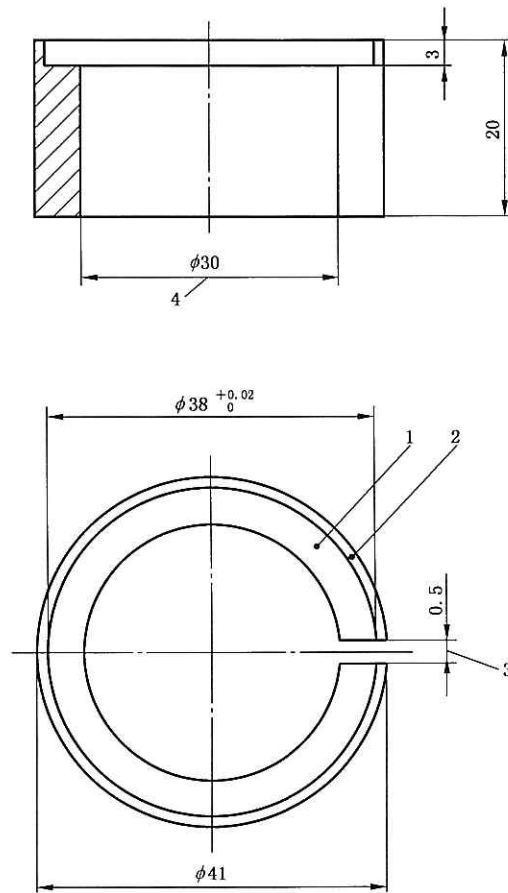
1——试样材料的滞留孔;2 排孔,每排 18 个,孔的标称直径为 2 mm;

2——环形模具固位座的底板。

^a 环形模具及环形模具固位座应由经阳极氧化的铝、黄铜或耐蚀钢制成。

图 A.3 细节再现性试验——试样成形附件

单位为毫米

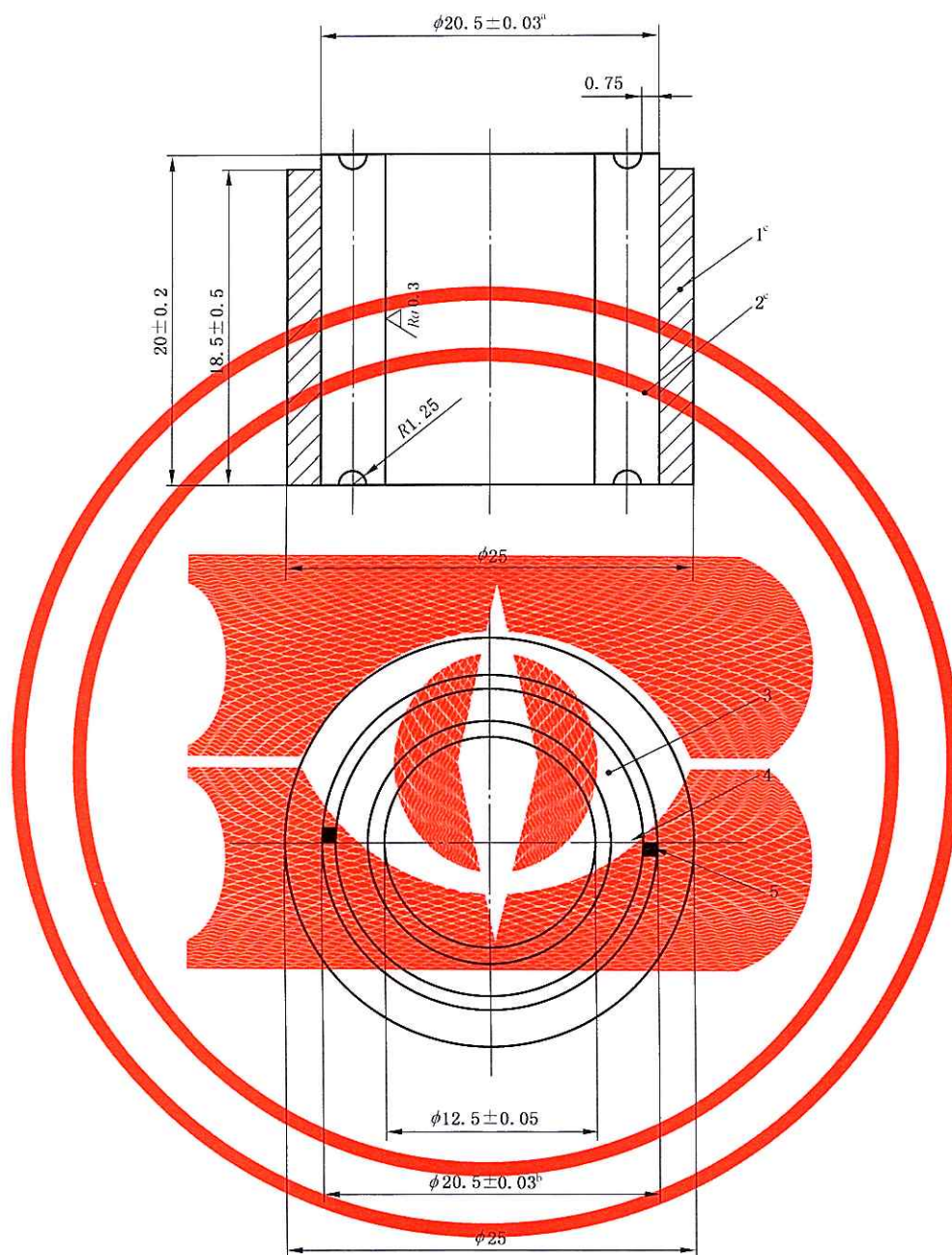


说明：

- 1——试件成形组合定位台底板；
- 2——定位台边缘；
- 3——模具壁上的开口闭合前的宽度；
- 4——开口关闭后，模具的内径。

图 A.4 石膏配伍性试验——试样成形开口模具

尺寸单位: mm, 表面粗糙度 $\leq 3.2 \mu\text{m}$, 另有规定除外。

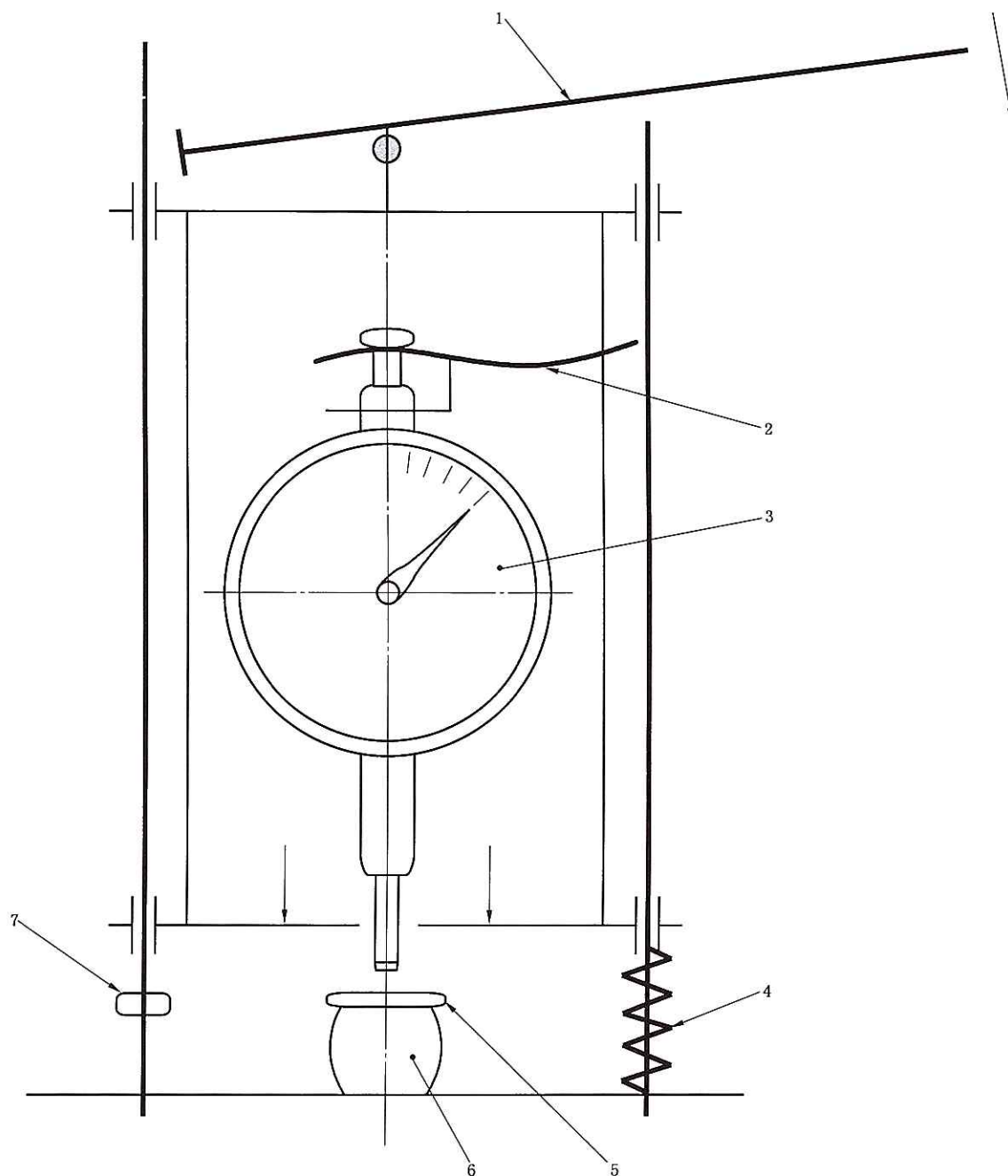


说明:

- 1——固定圈;
 - 2——对开模具, 无装配锥度;
 - 3——对开模具的顶部和底部表面所带的沟槽;
 - 4——对开模具间的交界面;
 - 5——多余材料的溢出口(1 mm 宽, 1 mm 深), 穿过对开模具的相邻交界面端面的外缘。
- ^a 对开模具组装后的外径;
- ^b 固定圈的内径;
- ^c 耐腐蚀。

图 A.5 弹性回复试验——试样成形对开模具组合

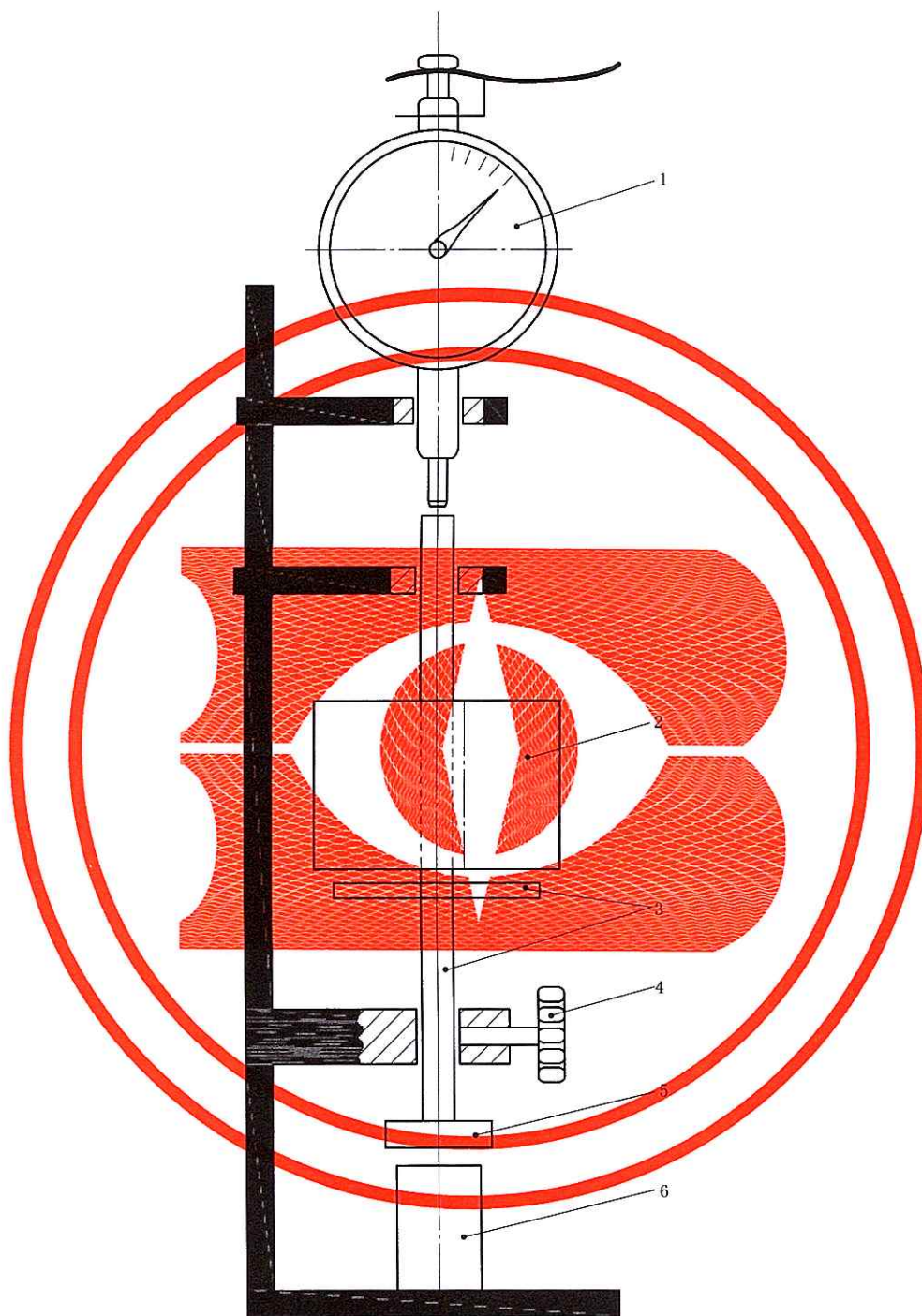
单位为毫米



说明：

- 1——可活动的加荷手柄；
- 2——百分表测量杆限位手柄；
- 3——精度为 0.01 mm 的百分表；
- 4——弹簧(可选配)；
- 5——测试板；
- 6——被压缩到极限位置的试样；
- 7——压缩限位块,限制试样的压缩量为 (4.0 ± 0.1) mm。

图 A.6 弹性回复试验装置

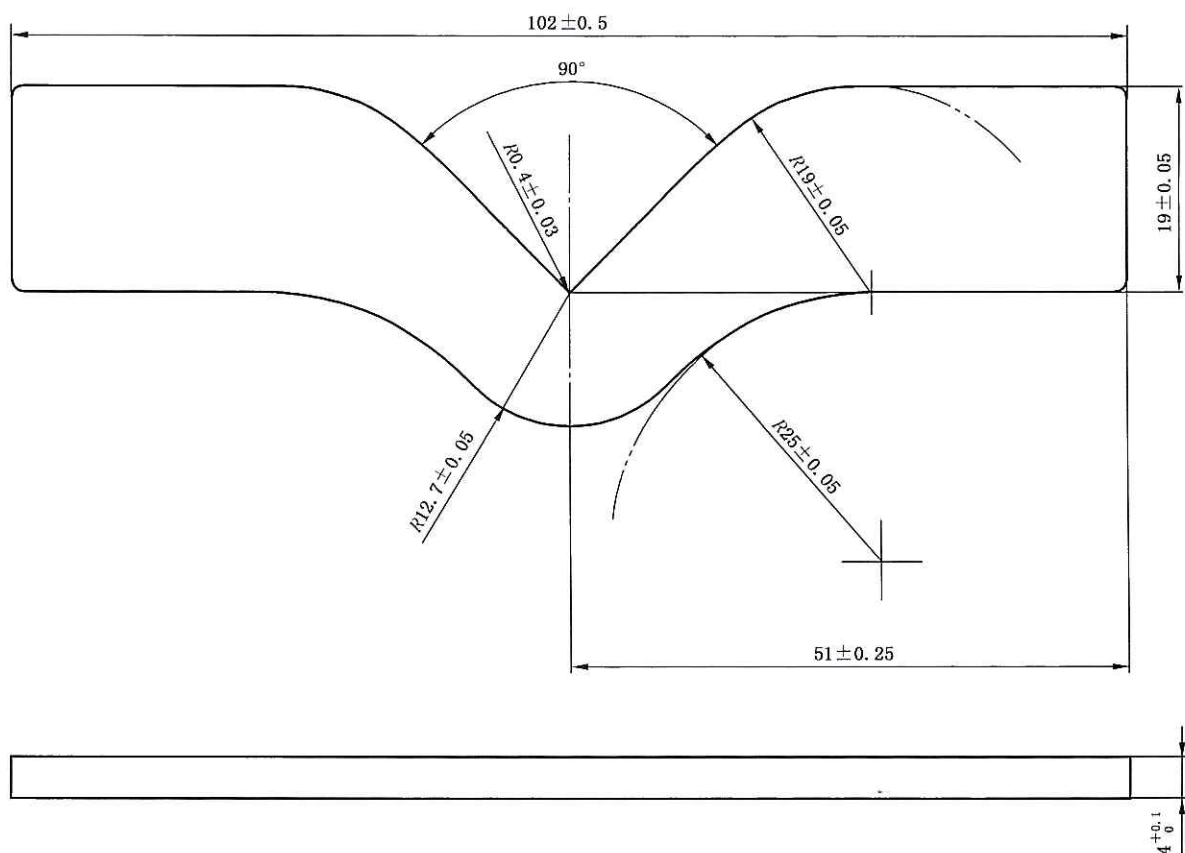


说明:

- 1——精度为 0.01 mm 的百分表;
- 2——配重,再加上负荷杆(项目 3)的质量,可以为压应变试验提供总计为 (12.2 ± 0.1) N 的力;
- 3——负荷杆,连同配重支撑圈的质量,可为试验提供 (1.2 ± 0.1) N 的初始力;
- 4——固定螺丝;
- 5——负荷杆压头,直径 12 mm;
- 6——试样。

图 A.7 压应变试验装置

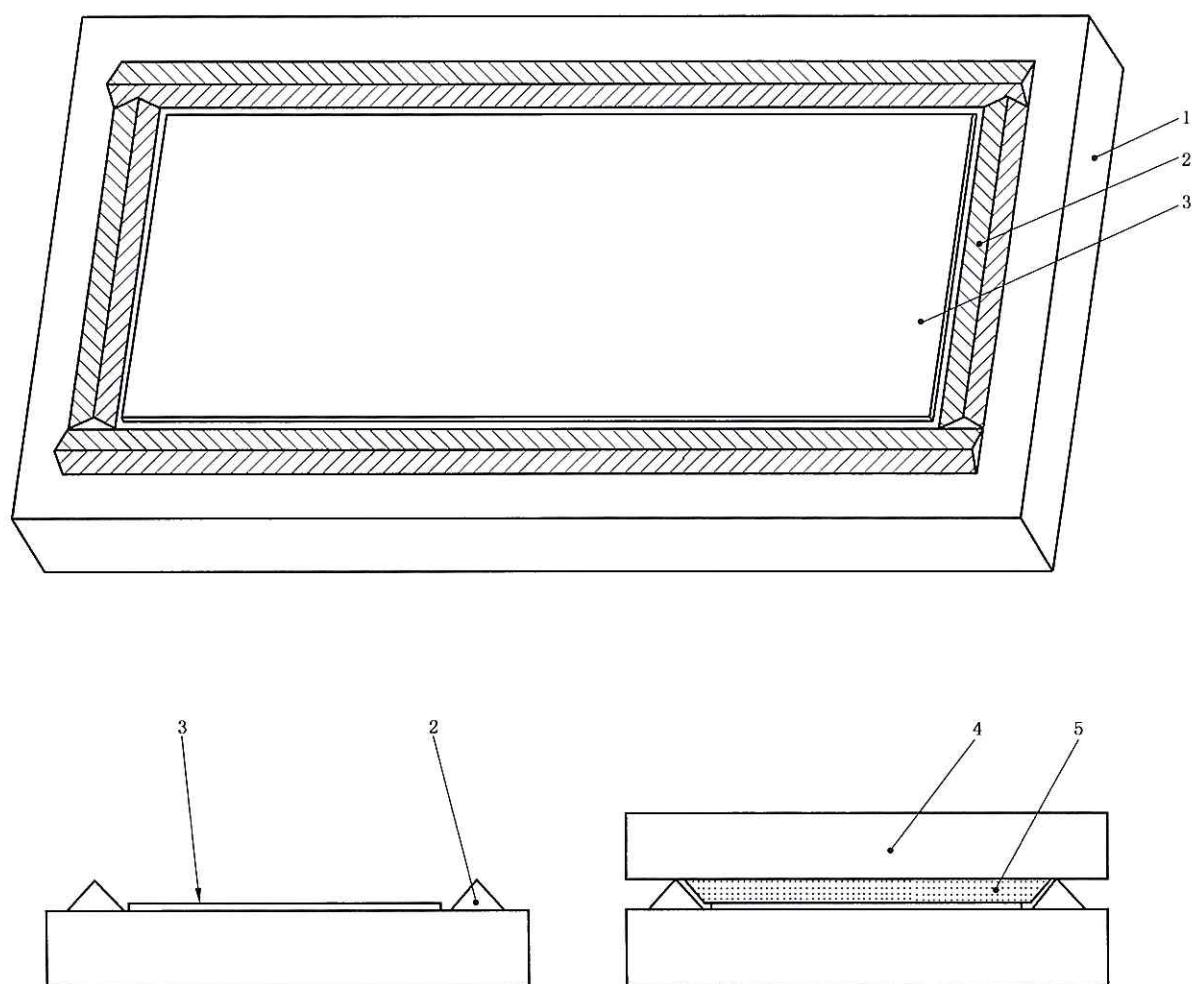
单位为毫米



注：曲面半径应与直平面相切。

图 A.8 抗撕裂试验试样的外形尺寸

单位为毫米

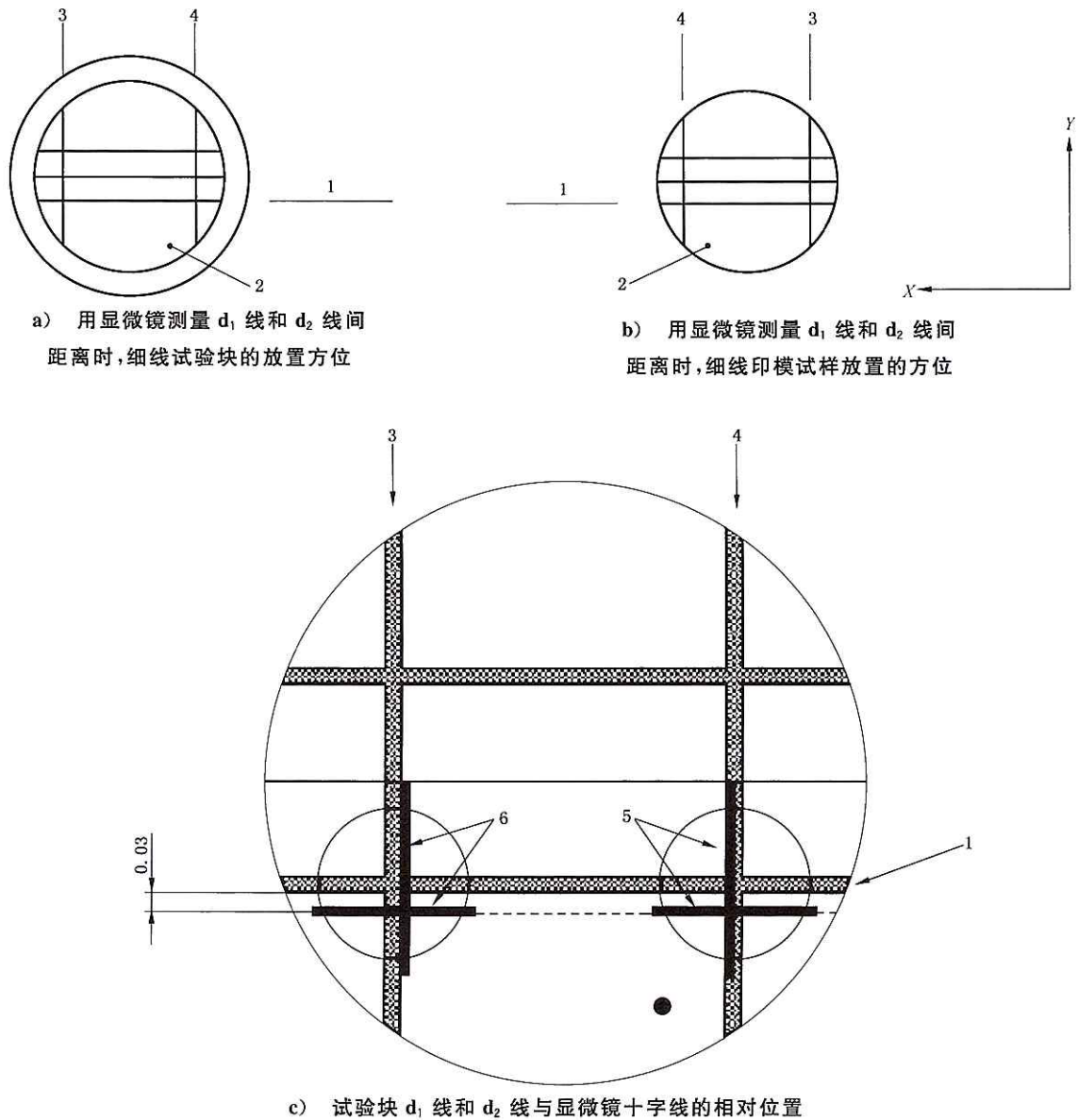


说明:

- 1——模具型腔的底座:例如,一个尺寸约为 154 mm×75 mm×12 mm 的齿科玻璃离子水门汀调合板,或一个具有基本相同尺寸粘到基底层,由分层粘到形成基本相同尺寸基底构成具有相同长度/宽度的更薄的玻璃片;
- 2——模具型腔边界:由 4 根三角形的条框组成,调整其高度并粘接于底板,以便形成 (4.0 ± 0.1) mm 深的模具型腔(见试样厚度,图 A.8),且模具型腔底板为 120 mm 长和 45 mm 宽;模具型腔边界的侧面应没有能导致从模具中取出时,使试样受力的缺口;
- 3——模具型腔底板:有时通过薄蜡片或树脂片的加入来调节高度,以提供所需的模具型腔深度;
- 4——模具型腔盖:具有与模具型腔底座基本相同的尺寸;
- 5——试样材料。

图 A.9 抗撕裂试验——试样片成型模具

单位为毫米

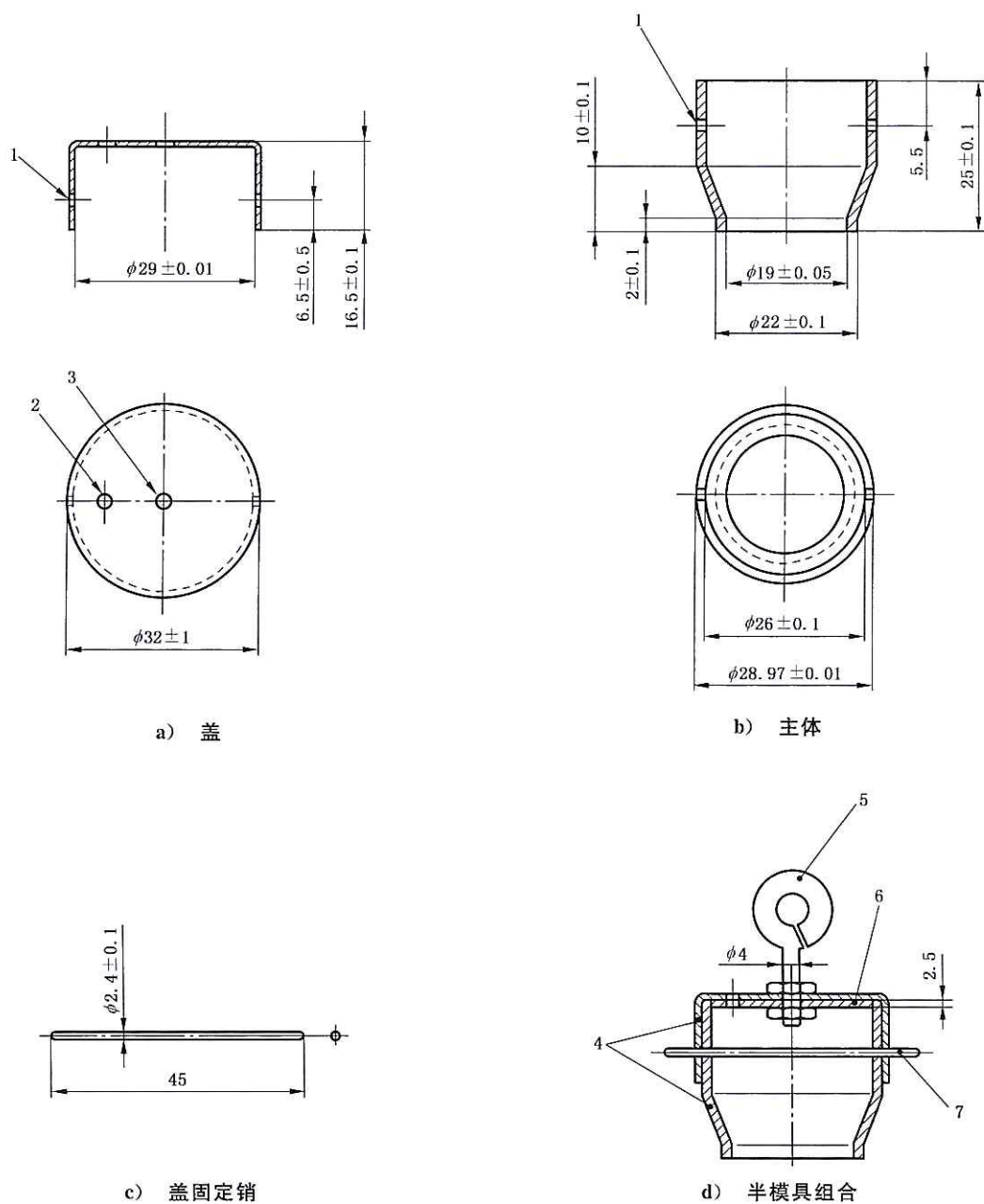


说明:

- 1——试验块[a)]和检测试样[b)]上的线[c)];
- 2——试验块上或重现在试验样品上的方向标记;
- 3——试验块上或重现在试验样品上的 d_2 线;
- 4——试验块上或重现在试验样品上的 d_1 线;
- 5——显微镜十字线的 X 轴及 Y 轴确定的相对于试验块 d_1 线的位置, 读数 1;
- 6——显微镜十字线的 X 轴及 Y 轴确定的相对于试验块 d_2 线的位置, 读数 2。

图 A.10 线性尺寸变化试验——测量 d_1 线和 d_2 线间距离时, 试验块和印模材料试样的刻划线在显微镜下的位置

单位为毫米

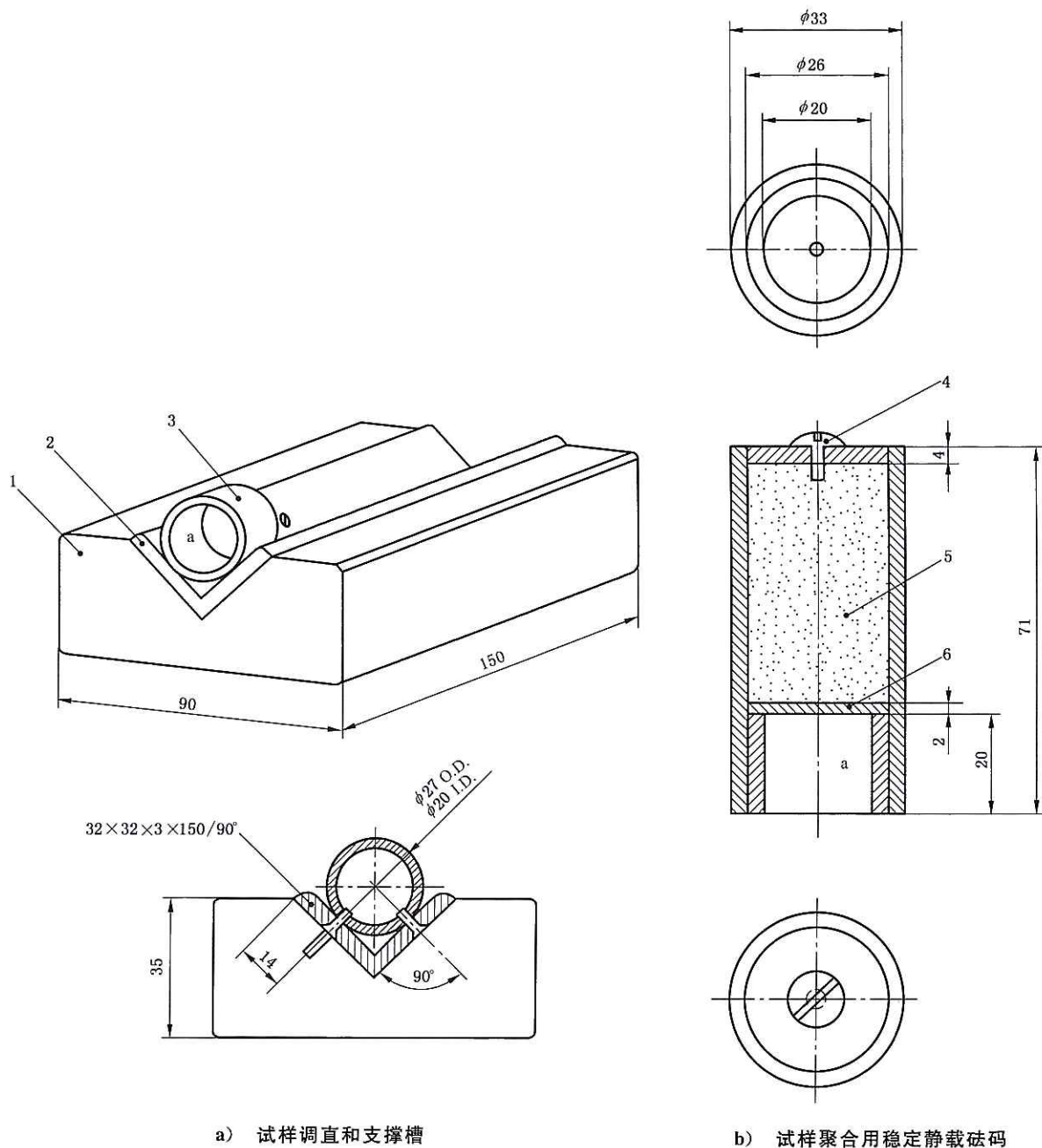


说明:

- 1——盖上的定位销孔;
- 2——直径 ≈ 2 mm 的通气孔;
- 3——盖上能容纳吊环螺栓(图说明 5)的中心螺纹孔;
- 4——盖和主体由树脂或金属制成;
- 5——吊环螺栓(每个盖一个),用于连接试样模具组合与试验设备;
- 6——盖加固盘,如聚合物盖需要时使用;
- 7——金属盖就位的定位销。

图 A.11 粘接强度试验——成对试样成形模具组合的半部外形和尺寸

单位为毫米

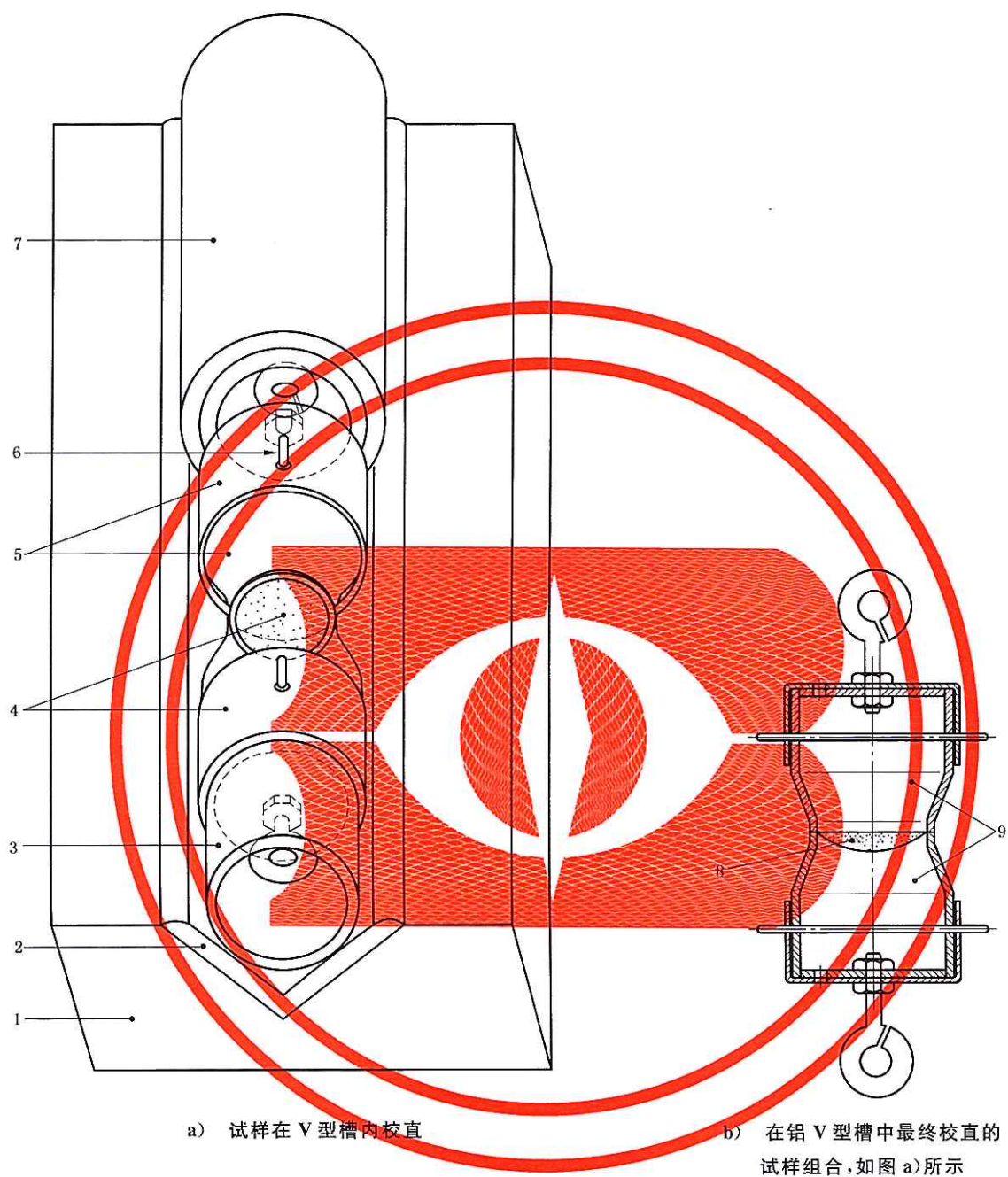


说明:

- 1——木质槽底座,所有表面均做涂漆防水处理;
- 2——铝制 V 型槽内衬,固定于木质基底上;
- 3——试样组合基座支撑环,固定于铝槽内衬上;
- 4——用来封闭孔的螺丝。孔用来改变小筒内铅粒的质量;
- 5——调节铅粒质量,使砝码的总质量为 (200 ± 10) g;
- 6——铅粒小筒的底板。

^a 管状空间,位于固定在铝槽内衬的支撑环内和静载砝码中的铅粒小筒下方,被设计用于容纳与试样成形模具相连接的吊环螺栓,如图 A.11 和图 A.13 所示。

图 A.12 粘接拉伸试验——帮助试样成形模具组件组装和调直的附件



说明:

- 1——木质的 V 型槽基底部件;
- 2——铝制 V 型槽;
- 3——试样组合支撑环;
- 4——装有藻酸盐和琼脂材料的下半部模具;
- 5——仅装有藻酸盐的上半部模具;
- 6——模具盖定位销;
- 7——静载砝码;
- 8——琼脂材料;
- 9——藻酸盐材料。

图 A.13 粘接强度试验——试样成型模具组合的试验前校直

附 录 B
(资料性附录)

抗撕裂试验的一种可选试样夹持方式的制备步骤

B.1 概述

本可选的操作步骤提供了一种制备水胶体印模材料抗撕裂试验试样的方法,以避免拉伸试样在装卡校直时产生夹持力而损坏。

B.2 用于可选步骤的物品

用于可选步骤的物品符合下列要求:

- a) 末端开口的金属试样校准托盘,盘底部有两条与托盘长轴成 90° 的刻线(图 B.1,说明 3);
注:托盘可由厚度约 0.3 mm 的铝板制成。
- b) 丙酮,或其他溶剂,可清洁托盘上的粘接剂或其他污染物,保持使用前表面洁净;
- c) 聚乙烯薄膜条,长约 30 mm、宽约 19 mm、厚约 0.35 mm (每个试样 2 片);
- d) 高真空密封脂脱模剂,如硅脂;
- e) α -氰基丙烯酸甲酯粘接剂;
- f) 硬质布条,长约 120 mm、宽约 18 mm、厚约 0.25 mm (每个试样 2 片);
注:该布条可从任何能被粘接剂[B.2 e)]粘接的织物上裁剪而成。
- g) 不退色的黑墨水标记笔。

B.3 前期准备步骤

开始试样制备前,完成以下步骤:

- a) 在托盘的内表面涂一薄层高真空密封脂脱模剂[B.2 d)];
- b) 将聚乙烯薄膜条[B.2 c)]分置于托盘底的两端,超出盘底末端大约 30 mm(图 B.2,说明 1);
注:高真空密封脂脱模剂和聚乙烯薄膜条是用以防止托盘表面与涂在布条上的粘接剂相接触。
- c) 用黑墨水标记笔[B.2 g)],在两布条[B.2 f)]上距布条两端约 24 mm 的位置各做一条的定位线(图 B.1,说明 6);
- d) 将布条[B.2 f)]放置于金属托盘底板上,标有定位线的一侧朝上,并覆盖上合适的聚乙烯薄膜条,布条的末端与托盘底的刻线对齐,布条上的定位线与托盘末端对齐。

B.4 试样制备和其他制备步骤

根据 7.7.2 的规定,制备试样,并按 B.5 的规定完成试样装配。

B.5 试样/布条组装步骤

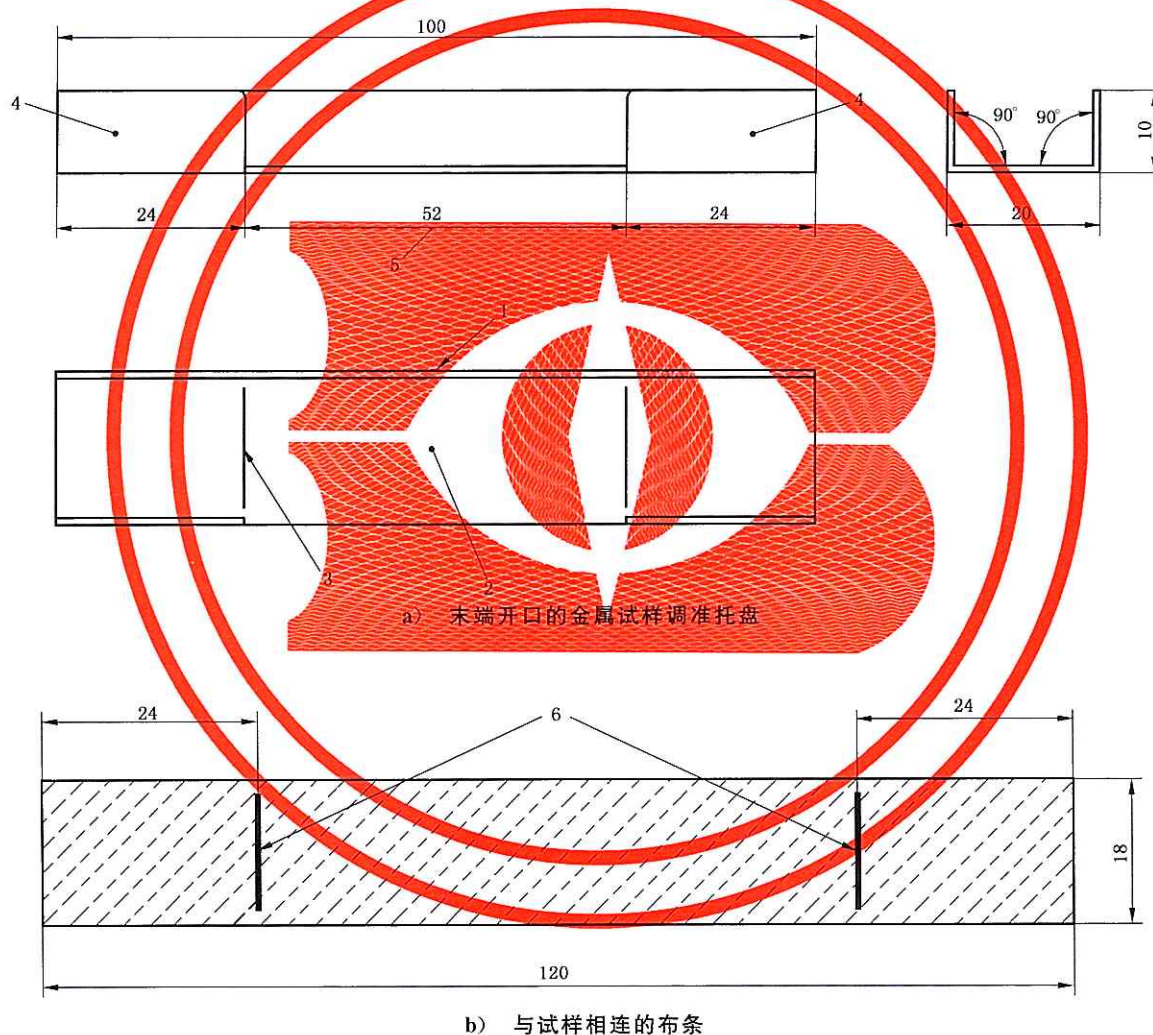
前期的试样制备步骤完成后,在 90 s 内完成以下 a)~d) 的步骤:

- a) 用氰基丙烯酸甲酯粘接剂[B.2 e)]容器尖头将粘接剂涂在布条内侧一端,并按图 B.2 中图说明 5 所示进行粘接;

- b) 其后,立即将试样按照图 B.2 中图说明 7 所示位置放置于托盘上,按压试样两端,使其与托盘内用粘接剂处理过的布条端相接触;
- c) 每个布条远离粘接位置的一端,也按图 B.2 中图说明 6 所示涂布粘接剂;
- d) 然后,立即将该布条对折成环,该环超出托盘末端约 36 mm,使布条经粘接剂处理端压在试样表面。

B.6 试验中试样的对准

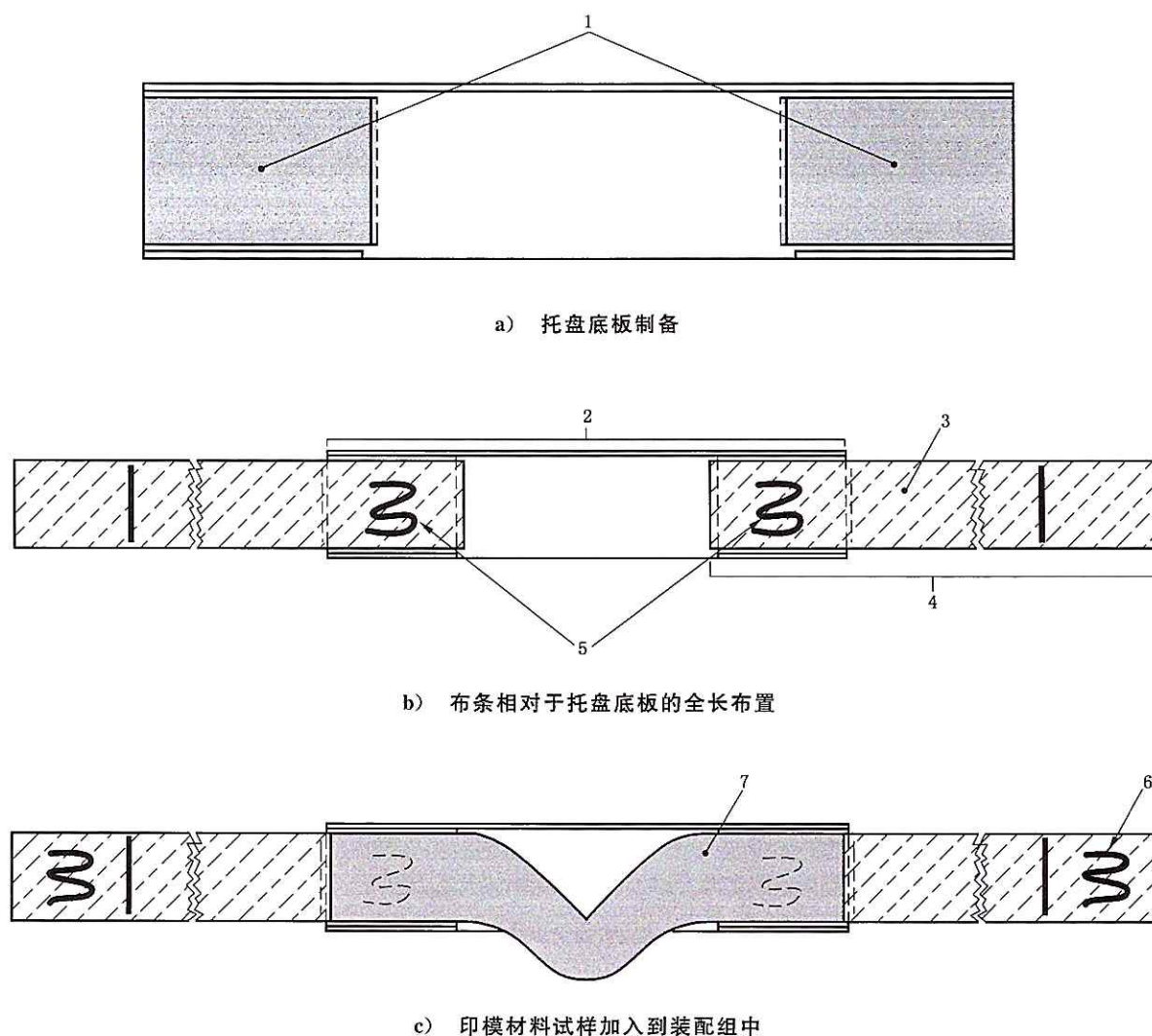
将试样与布条组合小心地从金属托盘中移出,调整试样,并将试样通过两侧的环(图 B.3)连接于试验机上的夹持机构,准备拉伸试验。



说明:

- 1——托盘后壁;
- 2——延伸至托盘全长的中心底板;
- 3——金属托盘底板上两条划线中的一条[B.2 a)];
- 4——前开口两侧的托盘前壁;
- 5——两个前壁间的开口空间的长度尺寸;
- 6——布条上的定位线[B.3 c)]。

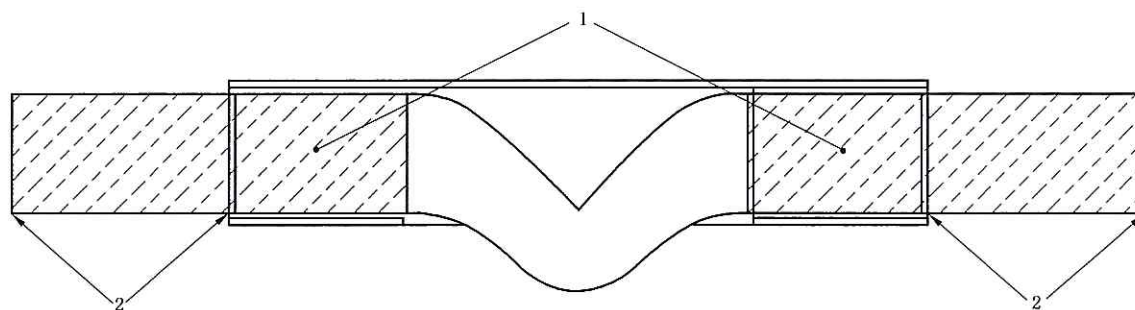
图 B.1 制备抗撕裂试验试样采用的可选夹持方式的附件



说明:

- 1——托盘底板的两端各放置一个聚乙烯薄膜条[B.3 b)];
- 2——托盘底板的全长;
- 3——将 2 个布条中的均放置于托盘底板内表面两端,并使划线与对齐端部对齐(图 B.1,说明 3);
- 3——将 2 布条之一的一端与托盘底板的刻线对齐(图 B.1,说明 3);
- 4——布条全长;
- 5——布条放入托盘,内端上表面涂布粘接剂的部位;
- 5——粘接剂图布在放入托盘的布条内侧一端上表面的图样;
- 6——在形成封闭环前,粘接剂图布在布条外侧端表面的图样;
- 7——印模材料试样相对于托盘内部及位于其下部的布条的位置。

图 B.2 试样/布条组合的初始装配步骤



说明：

1——将被折叠的外面半部布条的端部粘接到试样的顶端表面；

2——形成的布条环延长到试样的外端。

图 B.3 试样/布条组合在金属托盘内最终制备完成

参 考 文 献

- [1] GB/T 16886.1—2001 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
 - [2] GB/T 7408—2005 数据元和交换格式 信息交换 日期和时间表示法
 - [3] YY/T 0268—2008 牙科学 口腔医疗器械生物学评价 第1单元:评价与试验
 - [4] YY 0466.1—2016 医疗器械 用于医疗器械标签、标记和提供信息的符号 第1部分:通用要求
 - [5] ISO 21067:2007 包装-词汇
 - [6] ASTM D624 常规硫化橡胶和热塑橡胶撕裂强度测试方法
-

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
牙 科 学 水 胶 体 印 模 材 料
YY 1027—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 2.75 字数 77 千字
2018年7月第一版 2018年7月第一次印刷

*

书号: 155066·2-33443 定价 47.00 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 1027-2018