



中华人民共和国医药行业标准

YY 0271.1—2009
代替 YY 0271—1995

牙科水基水门汀 第 1 部分：粉/液酸碱水门汀

Dentistry—Water-based cements—
Part 1: Powder/liquid acid-base cements

(ISO 9917-1:2003, MOD)

2009-06-16 发布

2010-12-01 实施



国家食品药品监督管理局 发布

前 言

本部分的全部技术内容为强制性。

YY 0271《牙科水基水门汀》共由两部分组成：

- 第1部分：粉/液酸碱水门汀；
- 第2部分：光固化水门汀。

本部分修改采用 ISO 9917-1:2003《牙科水基水门汀 第1部分：粉/液酸碱水门汀》。

本部分与 ISO 9917-1:2003 主要不同之处：

- 实验室分析用水，修改为“去离子水或蒸馏水”；
- 砷含量、铅含量试验方法，修改为“按《中华人民共和国药典(2005年版)》中的方法”；
- 包装、标志做了修改，符合行业标准的表述；
- 删除第12章“光性能”的要求；
- 本部分不包括生物学危害的评价，在评价可能的生物学或毒理学危害时，参见 YY/T 0268。在本部分中增加了第12章；
- 附录 F 改为资料性附录，不要求做检测；
- 试样制备的环境温度： $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 改为 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

本部分代替 YY 0271—1995《牙科水基水门汀》。

本部分与 YY 0271—1995 的主要技术变化如下：

- 酸蚀的试验方法有改变；
- 主要性能指标中薄膜厚度、净固化时间、抗压强度、酸蚀有改变；
- 增加了 X 射线阻射性要求；
- 增加了胶囊装水门汀的要求和检测方法。

本部分的附录 A、附录 C、附录 D、附录 E、附录 G、附录 H 为规范性附录，附录 B、附录 F 为资料性附录。

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归口。

本部分由上海医疗器械股份有限公司齿科材料厂负责起草。

本部分主要起草人：黄瑞萍、杜祖敏、张露。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 11750—1989；
- YY 0271—1995。

牙科水基水门汀

第 1 部分：粉/液酸碱水门汀

1 范围

YY 0271 的本部分规定了用作永久性固位、垫底或衬层和修复的齿科粉/液酸碱水门汀的技术要求和试验方法,同时,适用于手工调和的水基水门汀或机械调和的胶囊水基水门汀。此外,本部分按其是否预想用作粘结或封闭类水门汀、垫底或衬层类水门汀、或者修复类水门汀指出了各自性能、特性的局限性。

本部分未涉及有关齿科水门汀无生物性毒害的具体质量和数量方面的要求,但建议使用本部分的各方参阅有关潜在生物性或毒理性毒害评价的 YY/T 0268。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 YY 0271 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

ISO 3665 拍片 牙科口内用 X 光摄像胶片

ISO 7491 齿科材料 牙用聚合物材料色泽稳定性的确定

中华人民共和国药典(2005 年版)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 YY 0271 的本部分。

3.1

调和时间 mixing time

为使水基水门汀材料各组分均达到满意混合所需要的部分工作时间。

3.2

工作时间 working time

水基水门汀材料自调和始到既能对其进行随意操作、又能保持其性能不变所需要的时间。

3.3

净固化时间 net setting time

水基水门汀材料自调和时间结束后至其糊剂达到附录 A 涉及的标准及其有关规定要求的固化状态所需要的时间。

注：鉴于水基水门汀在调和时间内变化大的情况,所以本部分所规定的净固化时间是从调和时间结束后确定的。

4 分类

4.1 按化学组分分类

根据其化学成分,分为以下几类:

- a) 磷酸锌水门汀,见第 B.1 章有关内容;
- b) 聚羧酸锌水门汀,见第 B.2 章有关内容;

c) 聚链烯酸盐玻璃离子体水门汀,见第 B.3 章有关内容。

4.2 按使用范围分类

根据其使用范围,分为以下几类:

- a) 粘结或封闭类水门汀;
- b) 垫底或衬层类水门汀;
- c) 修复类水门汀。

5 材料的外观要求

5.1 一般原则

水基水门汀由粉末和液体组成,按照制造厂商的使用说明进行调制,而且应符合第 8 章~第 16 章有关规定要求。

5.2 组成成分

5.2.1 液体

对于非胶囊装水门汀,在凭目测检查液体性能时,这种液体在其盛器的内表面上应无丝状物或无沉淀物。此外,凭目测检查这种液体时还应看不出胶凝化痕迹。

5.2.2 粉末

对于非胶囊装水门汀,在凭目测检查粉末性能时,这种粉末应无外来杂质。此外,凡着色的粉末均应配色均匀。

至于胶囊装水门汀不应采用此方法检查。

5.3 未固化水门汀

首先,应该按第 6 章规定要求调和水基水门汀,再用目测检查,而且调和成的糊剂应具有均态或其稠度应均匀一致。

6 试样的制备

6.1 室内温度、湿度要求

所有受试试样及制备过程均应维持在 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度及 $50\%\pm 10\%$ 相对湿度的环境中。

6.2 调和方法

应该按照制造厂商产品使用说明书中的有关规定要求制备受试水门汀试样,应取足量的水门汀调和,以确保每件试样是用同一种混合料制备而成的,而且每件试样应该用刚刚调和好的混合料制备。

注:就胶囊水基水门汀而言,某些试样可能需要不止一只胶囊制备而成。

7 取样

7.1 用手工调和的水门汀

在对每批牙科水基水门汀取样时,均应采样取到足量的样品材料,以完成所规定的全部试验项目或任一有必要重复试验的项目。

注:这里,足量系指至少 50 g 粉末和相应剂量的液体。

7.2 机械调和的胶囊水门汀

取样应取自一批产品中足够数量胶囊散包装,以完成所规定的全部试验项目。

8 净固化时间

在按附录 A 所述要求测试时,受试水门汀的净固化时间应符合表 1 中所列示的有关要求。

表 1 牙科水基水门汀的技术要求

按其化学成分分类	用途	薄膜厚度 μm	净固化时间 min		抗压强度 MPa	酸蚀 mm	酸溶液砷含量 mg/kg	酸溶液铅含量 mg/kg
			最少	最多				
磷酸锌	粘结/封闭	≤ 25	2.5	8	≥ 50	≤ 0.30	≤ 2	≤ 100
聚羧酸锌	粘结/封闭	≤ 25	2.5	8	≥ 50	≤ 0.40	≤ 2	≤ 100
玻璃离子体	粘结/封闭	≤ 25	1.5	8	≥ 50	≤ 0.17	—	≤ 100
磷酸锌	垫底/衬层	—	2	6	≥ 50	≤ 0.30	≤ 2	≤ 100
聚羧酸锌	垫底/衬层	—	2	6	≥ 50	≤ 0.40	≤ 2	≤ 100
玻璃离子体	垫底/衬层	—	1.5	6	≥ 50	≤ 0.17	—	≤ 100
玻璃离子体	修复	—	1.5	6	≥ 100	≤ 0.17	—	≤ 100

注：检验规则由各生产单位的质量体系规定。

9 薄膜厚度(仅适用粘结、封闭类水门汀)

在按附录 C 所述要求测试时,受试水门汀的薄膜厚度应符合表 1 中所列示的有关要求。

10 抗压强度

在按附录 D 所述要求测试时,受试水门汀的抗压强度应符合表 1 中所列示的有关要求。

11 酸蚀性能

在按附录 E 所述要求测试时,受试水门汀的耐酸蚀性能应符合表 1 中所列示的有关要求。

12 生物相容性

见 YY/T 0268。

13 酸性可溶性砷含量及铅含量的试验

13.1 酸性可溶性砷含量

在按附录 G 所述要求试验时,受试水门汀的酸溶液砷含量不应超过表 1 中所列示的有关额定值。

13.2 酸性可溶性铅含量

在按附录 G 所述要求测试时,受试水门汀的酸溶液铅含量不应超过表 1 中所列示的有关额定值。

14 X 射线阻射性

如果制造厂商声称其产品具有 X 射线阻射性的话,则其产品 X 射线阻射性应至少等同于在按附录 H 所述要求测试时所确认的等厚度铝质楔形梯级的 X 射线阻射性。如果制造厂商声称其产品具有较高 X 射线阻射性的话,则其有关测试值不应小于在按附录 H 所述要求测试时所确认的指定值。

15 包装、标志以及由制造厂商提供的其他信息资料

注:是否附带有附加信息资料可由制造厂商自行决定或按有关法规行事。

15.1 包装

牙科水基水门汀应该盛装在密闭的容器或胶囊中(基于本部分的目的,该包装容器或胶囊应视为产品的直接包装物),选用的容器或胶囊对水门汀材料应具有可靠的保护作用,而且对其质量也应当没有

任何不良的影响。

此外,制造厂商还可以采用一只外包装盒拼装多个容器的办法。

15.2 标志

每个最小零售包装应清晰、详细注明下列内容:

- a) 制造厂商的名称;
- b) 产品名称、类型和用途;
- c) 颜色;
- d) 水门汀粉末的最小净质量(g)或其专用液体的最小净含量(mL);
- e) 批号;
- f) 有效期;
- g) 若水门汀产品认定是有 X 射线阻射性的话,则在其外包装物上清晰地标明此信息;
- h) 胶囊装水基水门汀产品的外包装物上应注明容器内的胶囊数目,以及每只胶囊的净质量数。

15.3 由制造厂商提供的产品使用说明书

15.3.1 一般原则

水基水门汀各自包装物均应附有产品使用说明书,此外还应包括以下内容:

- a) 产品名称;
- b) 制造厂商名称及联系的方式。

此外,若适用,制造厂商应至少提供 15.3.2 或 15.3.3 涉及的信息资料。如果尤其是 4.1 未涉及的那些材料,制造厂商应该就受试样材料特性要求的材料指明其类别(见 4.1 及 4.2)。

15.3.2 用手工调制的水基水门汀

如果是用手工调制的水基水门汀,制造厂商应提供以下信息内容:

- a) 操作的环境温度;
- b) 粉液调和比例,在许可温度范围内以质量比或体积比表示的粉/液配比,以及在 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度和 $50\% \pm 10\%$ 相对湿度下试验用的粉/液配比;
- c) 调和板与调和刀的种类;
- d) 粉液调和的方法;
- e) 调和时间(见 3.4);
- f) 工作时间(见 3.2);
- g) 净固化时间(见 3.3);
- h) 若适用,则在产品使用说明书中附加有关应在水门汀和牙本质之间涂上一层衬垫料的说明;
- i) 若适用,则包括可以开始打磨的最少时间和指定的打磨方法;
- j) 若适用,则包括水门汀表面必须涂以保护层的提示说明,以及所用涂层材料类别的推荐说明。

15.3.3 用机械调制的胶囊水基水门汀

如果是胶囊装的水基水门汀,制造厂商应提供以下信息内容:

- a) 促成胶囊中的粉、液混合的方法;
- b) 机械调和器的类别和所用的调和时间;
- c) 工作时间(见 3.2);
- d) 净固化时间(见 3.3);
- e) 若适用,则在产品使用说明中附加有关应在水门汀和牙本质之间涂上一层衬垫料的说明;
- f) 若适用,则包括可以开始打磨的最短时间和指定的打磨方法;
- g) 用一只胶囊中的材料调制成水门汀糊剂的最小容量(mL);
- h) 若适用,则包括水门汀表面必须涂以保护层的提示说明,以及所用涂层材料类别的推荐说明。

附录 A

(规范性附录)

净固化时间的确定

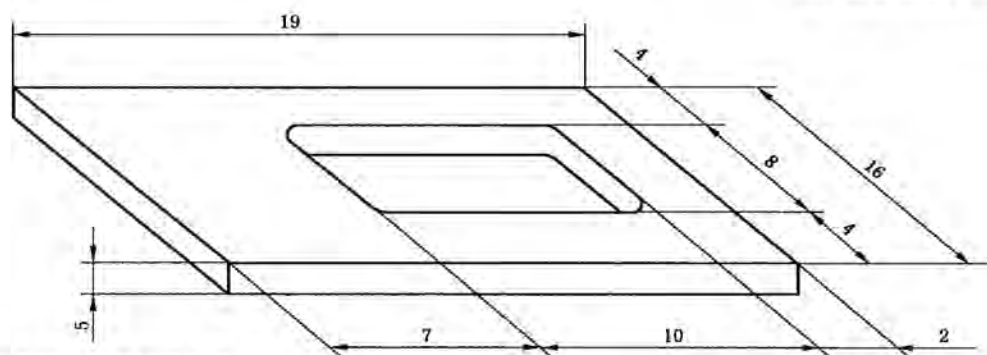
A.1 器具

A.1.1 能保持 $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 恒温 and 90% 以上相对湿度的贮存盒。

A. 1.2 质量为 $400\text{ g} \pm 5\text{ g}$ 、附带直径为 $1.0\text{ mm} \pm 0.1\text{ mm}$ 扁平头且与其长轴垂直的硬度计压头。

A.1.3 类似图 A.1 所示的金属模。

单位为毫米
允许误差为 ± 0.15 mm



注：其内角可以是圆的或方的。

图 A.1 净固化时间试验模具

A.1.4 置于贮存盒内、且能保持 $37\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温的金属固位块,其体积至少为 $8\text{ mm}\times 75\text{ mm}\times 100\text{ mm}$ 。

A.1.5 铝箔片。

A. 1.6 精确度达 ± 1 s 的计时器。

A.2 试验步骤

首先,将一加热到 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 温度的金属模(A.1.3)置于铝箔片上(A.1.5),再向金属模内注满受试水门汀糊剂,并将其表面刮平。

待调和结束后 60 s 时,将由金属模、铝箔片和水门汀试样组成的组合件置于金属固位块上(A.1.4),并将之一起放入贮存盒内(A.1.1)。此时,还应确保金属模、铝箔片和金属固位块之间的充分贴合。

待调和结束后 90 s 时,小心地将硬度计压头垂直向下移至水门汀的表面,并滞留 5 s。随后,进行一次试测试,以确定受试水门汀的近似固化时间,并在 30 s 内反复进行压痕试验,直到用放大率为 2 倍的放大镜检查不到压头针在水门汀表面刻画出一完整的压痕环时为止。如有必要的话,可以在压痕试验过程中对压头针进行清洁处理。不过,必须在 10 s 时限之内,并自近似固化时间前 30 s 开始反复进行压痕试验。

最后,将自调和结束始直到压头针在水门汀表面刻画不出一完整的压痕环时为止所需的时间,记为受试试样的固化时间。

A.3 试验结果的确认

记录先后 3 次压痕试验的实测数据。如果每次压痕试验所得的实测数据均在表 1 净固化时间中所列示的标准值范围之内的话,则认定该受试水基水门汀试样经试验合格。

附录 B
(资料性附录)

齿科水门汀的组成成分及其应用

B.1 磷酸锌水门汀

磷酸锌水门汀主要是由氧化锌为主的氧化物粉末与可能含有某种金属离子的磷酸水溶液发生化学反应生成的。磷酸锌水门汀可用于粘结口腔矫正器、口腔硬组织或其他矫正器,此外,也可用作修复材料的垫底及暂时修复材料。

B.2 聚羧酸锌水门汀

聚羧酸锌水门汀主要是由氧化锌与聚丙烯酸或类似聚羧酸酯化合物水溶液发生化学反应生成的,或者由氧化锌/聚羧酸粉末与水调制成的。聚羧酸锌水门汀可用于粘结口腔矫正器、口腔硬组织或其他矫正器,此外,也可用作修复材料的垫底及暂时修复材料。

B.3 聚链烯酸盐玻璃离子体水门汀

聚链烯酸盐玻璃离子体水门汀主要是由铝硅酸盐玻璃粉末与聚链烯酸水溶液发生化学反应生成的,或者由铝硅酸盐玻璃/聚链烯酸粉末与水或与酒石酸水溶液调制成的。聚链烯酸盐玻璃离子体水门汀用于人牙的美容修补,或用作其他修复体的垫底或洞衬材料。此外,也可用于粘结口腔矫正器、口腔硬组织或其他矫正器。这一类水门汀还包括其玻璃粉末与一种金属元素熔融烧结成或一起混合而成的,以及预想用作牙齿修复的聚链烯酸盐玻璃离子体水门汀。

附录 C

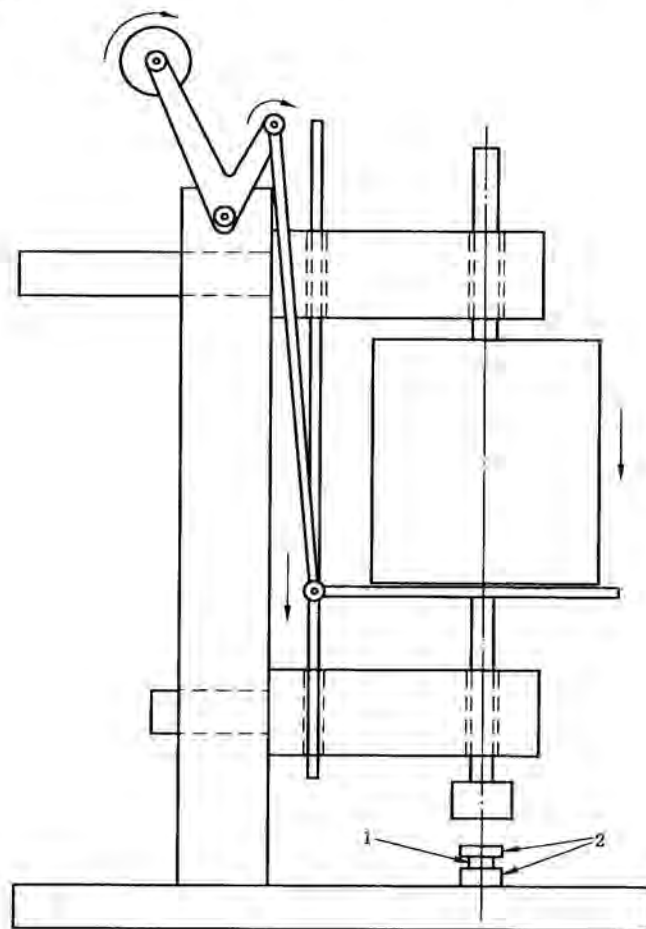
(规范性附录)

薄膜厚度的确定(仅适用封闭、粘结水门汀)

C.1 器具

C.1.1 方形或圆形透明平整玻璃板两块,其接触表面积为 $200\text{ mm}^2 \pm 25\text{ mm}^2$,而且每块厚薄均匀的玻璃板厚度不小于 5 mm 。

C.1.2 如图 C.1 所示的加载装置或类似装置,它可以产生自试样上表面的玻璃板垂直向下作用于试样的压力为 $150\text{ N} \pm 2\text{ N}$ 。



- 1——试样;
2——玻璃块。

图 C.1 测试试样薄膜厚度用的加载装置

附于负载棒底端面的测量头应水平放置,而且应与基座面平行。此外,所加载的压力应该均匀且不得发生旋转现象。

C.1.3 单位刻度 $2\text{ }\mu\text{m}$ 或 $2\text{ }\mu\text{m}$ 以下的测微计或类似测量器具。

C.2 试验步骤

首先,测定并记录重叠的两块透明平玻璃板(C.1.1)的总厚度(记为读数 A),误差不超过 $1\text{ }\mu\text{m}$ 。接着,取出上一块玻璃板,再将 $0.10\text{ mL}\pm 0.05\text{ mL}$ 水门汀糊剂正中置于下一块玻璃板上,而且须将之置于加载装置(C.1.2)正下方及其基座面板上,再将上一块玻璃板如法正中置于水门汀糊剂上。

然后,在制造厂商指定的工作时间结束前 10 s ,小心地沿上一块玻璃板外表面垂直正中向受试水基水门汀试样施加 $150\text{ N}\pm 2\text{ N}$ 压力,以确保水门汀糊剂完全布满两块玻璃板之间的缝隙。待施加上述压力 10 min 以后,从加载装置上取出与两块玻璃板粘连在一起的试样,并测定其总厚度(记为读数 B)。

最后,计算有、无水门汀糊剂时的两块玻璃板总厚度之差($B-A$),并将此差值记为水门汀薄膜的厚度。如此再重复进行上述试验4次。

C.3 试验结果的确认

若上述受试水门汀糊剂薄膜厚度的5个试验数据中至少有4个数据不大于 $25\text{ }\mu\text{m}$ 的话,则认定该受试水门汀试样符合表1中所列示的有关规定要求。反之,若其中仅有一二个数据不大于 $25\text{ }\mu\text{m}$ 的话,则认定该受试水门汀试样经试验不合格。

又若其中3个数据不大于 $25\text{ }\mu\text{m}$ 的话,则再增加试验另5件试样。惟有另5件受试试样薄膜的厚度均不大于 $25\text{ }\mu\text{m}$,符合表1中所列示的有关规定要求,方可认定该受试水门汀试样经试验合格。

附 录 D
(规范性附录)
抗压强度的测定

D.1 器具

D.1.1 能保持 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温 and 30% 以上相对湿度的贮存盒。

D.1.2 如图 D.1 所示的对开模及垫板。对开模内高为 $6.0\text{ mm} \pm 0.1\text{ mm}$ ，内径为 $4.0\text{ mm} \pm 0.1\text{ mm}$ 。此外，对开模及垫板应由不锈钢或由其性能不受水门汀影响的其他合适材料制成。为防止以聚丙烯酸酯为主要成分的一类水门汀的粘着，此时对开模表面贴以乙酸纤维素板为宜。

单位为毫米



图 D.1 测试抗压强度用的试样模具及其螺旋夹

D.1.3 如图 D.1 所示的螺旋夹。

D.1.4 单位刻度 $2\text{ }\mu\text{m}$ 或以下的测微计或类似测量器具。

D.1.5 机械性能试验机一台。其十字机头速率为 $0.75\text{ mm/min} \pm 0.30\text{ mm/min}$ 或加载速率为 $50\text{ N/min} \pm 16\text{ N/min}$ 。

D.2 试样的制备

首先，将对开模(D.1.2)与螺旋夹(D.1.3)的温度调节到 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，并在调和结束后 60 s 之内，把按制造厂商产品使用说明书中有关规定要求调制成的稍过量水门汀糊剂注入对开模。

为使对开模内的水门汀混合料紧密无空隙，免受空气泡的不良影响，应该将上述最适用部分的混合料注入对开模内。同时，使用一合适的器具向其一边用力压紧，如此一直到对开模被注满过量混合料时为止。然后，再将装好料的对开模置于金属底板上并继续加压。

然后，刮去对开模边缘过剩的混合料，盖上金属板并挤压，再将对开模与金属板一并用螺旋夹夹紧。待水门汀混合料调制结束后 120 s 时，将上述组合件整个放入贮存盒(D.1.1)。

待水门汀混合料调制结束后 60 min 时，从对开模上取下金属板，再将受试试样的端面磨平，使其端

平面与其长轴线相垂直。打磨时,一般以选用 400# 湿的碳化硅纸砂片为宜,但是无论如何不应把受试试样的端面打磨得太粗糙。

磨平而且凭目测检查没发现有空气泡或毛边增多时,则立即打开对开模,取出受试试样,并剔除任一有缺陷的受试试样。

注:为便于从对开模中取出硬化了的水门汀试样,可在注入水门汀混合料之前,将对开模的内表面均匀涂上一层 3% 微晶蜡或石油醚中提取物石蜡溶液,也可以涂上薄薄一层硅润滑脂或聚四氟乙烯干膜润滑剂。

如此一共制备 5 件试样,而且每制成一件试样,便立即将之浸没在 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度的去离子水或蒸馏水中,持续浸泡 $23\text{ h} \pm 0.5\text{ h}$ 。

最后,分别测量每件试样的直径,并计算两次测试数据的平均值。此外,两条被测直径须相互垂直,并需精确到 $\pm 0.01\text{ mm}$ 。

D.3 试验步骤

待水门汀混合料调制结束后 24 h 时,将每件端面平滑的受试试样夹于机械性能试验机的压板之间,并沿受试试样的长轴线施加压力。在受试试样与试验机接触部位的上、下底面压盘上贴有湿的过滤片,而且每次试验均使用新鲜过滤纸片。

随后,记录受试试样碎裂时的压力大小,并用下列公式计算出受试试样的抗压强度 $C(\text{MPa})$:

$$C = \frac{4p}{\pi d^2}$$

式中:

p ——所施加的最大压力,单位为牛(N);

d ——测得的受试试样直径,单位为毫米(mm)。

D.4 试验结果的确认

如果 5 个实测数据中的 4 个数据小于表 1 中所列示的最小抗压强度标准值的话,则认定该受试水基水门汀试样经试验不合格。反之,5 个实测数据中至少有 4 个数据不小于表 1 中所列示的最小抗压强度标准值的话,则认定该受试水基水门汀试样经试验合格。否则,需再制备另 10 件受试试样。

为使该受试水基水门汀试样经试验合格,先后测试的 15 个实测数据中至少有 12 个数据应不小于表 1 中所列示的最小抗压强度标准值。

附录 E
(规范性附录)
酸蚀的测定

E.1 器具

E.1.1 能保持 $37\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温及至少 90% 相对湿度的贮存盒。

E.1.2 试样固定器,由边长 30 mm、厚 5 mm 的聚甲基丙烯酸酯塑料方块板或由直径 30 mm、厚 5 mm 的圆形板,板中心部位有一直径为 $5.0\text{ mm}\pm 0.5\text{ mm}$ 、深度为 $2.0\text{ mm}\pm 0.5\text{ mm}$ 的小圆孔组成。

注:试样固定器的尺寸大小及形态可以稍有变动(例如,方块板的四个角可磨成圆形),如果这样做有利于将之放入贮存器的话。

E.1.3 聚甲基丙烯酸酯塑料板。

注:聚甲基丙烯酸酯塑料板的尺寸大小并不太重要,只要同受试试样固定器的大小相仿即可。

E.1.4 如待水门汀固化后用于试样固定器有利于取出聚甲基丙烯酸酯塑料板的聚酯条一类的分隔条。

E.1.5 预想在水门汀试样固化过程中将受试试样模具固定一起的夹具、回形针或同类器具。

E.1.6 精确到 0.1 mg 的天平秤。

E.1.7 精确到 0.1 mL、且适用 30 mL 等分试样如吸液管一类的容量计。

E.1.8 能够盛装 30 mL 试验溶液的容器,试样固定器可以完全平放在试验溶液之中,酸蚀液表面与被浸渍试样固定器上底面之距为 $10\text{ mm}\pm 3\text{ mm}$ 。此外,容器应备有容器盖或旋盖,以防其中的液体蒸发或受污染。

E.1.9 能保持 $37\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温的贮存盒。

注:此处可以使用 E.1.1 所指的贮存盒,但无需 90% 相对湿度。

E.1.10 1 200 目湿或干的纸砂片。

E.1.11 装有弹簧称、且其端缘部为球形的刻度盘式量规,刻度单位至少为 0.01 mm (能测定 0.005 mm)。此外,弹簧力范围应为 50 g~100 g,其端缘部直径为 $3.5\text{ mm}\pm 0.5\text{ mm}$ 。

注:可以使用固定负载的同一类量载器具,当然如果负载条件要求与上述情况一致的话,电子读数/显示量具也是适用的。

E.2 酸蚀液的制备

首先,用去离子水或蒸馏水溶解 8.26 g 乳酸(分析级)和 0.92 g 乳酸钠(分析级),两者均算作纯净、干粉末,并在使用前至少 18 h(允许生成内酯水解物)将之用去离子水或蒸馏水稀释成 1 L 水溶液。同时,在使用之前立即检查核对此溶液的 pH 值是否为 2.74 ± 0.02 ,如有必要的话,用 1 mol/L 乳酸钠溶液或 1 mol/L 乳酸溶液调整该酸蚀液的 pH 值。此外,供每批试样试验用的这种酸蚀液一律应该随配随用。

注:此酸蚀液系 0.1 mol/L 乳酸/乳酸钠缓冲溶液,其 pH 值为 2.74。

E.3 试样的制备

首先,使试样固定器、聚甲基丙烯酸酯塑料板及分隔薄片的温度达到 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温,并在 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下,按制造厂商产品使用说明书中的规定要求,按配比配制、调和试验材料。若是手工调和水门汀,则用天平秤按照制造厂商指定的粉/液配比称出粉末和液体,接着,将配料置于制造厂商指定的调和板上,并按制造厂商指定的方法调制。若是胶囊装水门汀,则用制造厂商推荐的调和器将配料调制一

给定时间。此外,待试验材料调制完毕后 60 s 之内,按制造厂商产品加工处理说明将水门汀糊剂注入试样固定器中的孔内。

为避免混入气体,用最大部分的水门汀糊剂注入试样固定器中的孔内一边,再用剩余水门汀糊剂注入试样固定器中的孔内另一边,以持续避免空气气体混入。总之,将稍过量糊剂注入试样固定器中的孔内。

用贴有分隔薄片的聚甲基丙烯酸酯塑料板紧紧盖住水门汀糊剂,并用螺纹夹夹紧。

待试验材料调制完毕后 180 s 时,上述组合件转移到能保持 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温及至少 90% 相对湿度的贮存盒内。

待 24 h 后,旋松螺纹夹取出聚甲基丙烯酸酯塑料板及分隔薄片,并用砂纸片打磨,同时用水不断冲洗试样固定器中的水门汀试样表面,直到其表面磨平为止。

一共制备 5 件受试试样,检查所有受试试样,并将带有明显裂纹或者空气泡的水门汀试样剔除掉。

E.4 水门汀中心部位初始深度 D_0 的测量和计算

使用试样固定器的边缘作为固定的参照面,测量各受试试样中心部位的初始深度。

注 1: 上述过程对受试试样水门汀初始深度的确定以及与试样固定器的高度是否大致相同是必要的。

如果受试试样水门汀初始深度未在试样固定器 $5\text{ }\mu\text{m}$ 深度以内的话,则进一步研磨加工直到水门汀及其固位器的深度在 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以内时为止。

注 2: 尤其是刻度盘计量规的计量单位是 $10\text{ }\mu\text{m}$ 的情况下, $5\text{ }\mu\text{m}$ 可估计为其计量单位之一半。

使用刻度盘计量规,将试样固位器上及受试试样材料近中心部位四点测得的深度记为初始深度,而且试样固位器上的四点距受试试样 $0.5\text{ mm} \sim 1.0\text{ mm}$ 均匀相隔 90° 分布。

接着,计算试样固位器上测得四个深度的平均值,并以此平均值减去受试试样中心部位测得的深度,从而计算得到 D_0 。

E.5 浸渍

将各件受试试样连同试样固位器水平浸没在各自装有 30 mL 酸蚀液的容器内,并将试样固位器面朝上,以便受试试样水门汀表面完全浸没在酸蚀液中。此外,酸蚀液表面需超过受试试样表面 $10\text{ mm} \pm 3\text{ mm}$ 。

接着,将容器瓶口密封好,并将之贮存在 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温的贮存盒中,滞留 24 h。

待浸渍 24 h 后,取出,并用去离子水或蒸馏水清洗试样及其固位器。

E.6 酸蚀后水门汀中心部位深度 D_t 的测量和计算

测定各受试试样中心部位的深度,即如上所述用试样固位器的台肩作为固定参照平面,以获得酸蚀后水门汀中心部位深度 D_t 。

E.7 试验结果的表述

使用下列公式计算各受试水基水门汀试样中心部位的侵蚀深度 $D(\text{mm})$:

$$D = D_t - D_0$$

式中:

D_0 ——侵蚀前受试试样中心部位的深度,单位为毫米(mm);

D_t ——侵蚀后受试试样中心部位的深度,单位为毫米(mm)。

注: 如受试试样初始深度大于试样固位器深度的话,则 D_0 为负数。在这种情况下, D 取 D_t 与 D_0 的绝对值之和。

如此计算所有 5 件受试试样各自的 D 数值。

E.8 试验结果的确认

将上述各计算值 D 与表 1 中所列示的标准值对照比较。为使受试试样经试验合格,4 个或 4 个以上 D 数值应不大于标准值。若有 3 个或 3 个以上 D 数值大于表 1 中所列示的相应标准值,则可认定该受试水基水门汀经试验不合格。

若 5 个 D 数值中仅有 3 个试验数据不大于表 1 所示的相应标准值,则另制备 5 件试样进行重复试验。为使受试试样经试验合格,所有 5 个 D 数值均应不大于标准值。



附录 F

(资料性附录)

光性能的测定(仅适用修复水门汀)

F.1 不透明度

F.1.1 器具

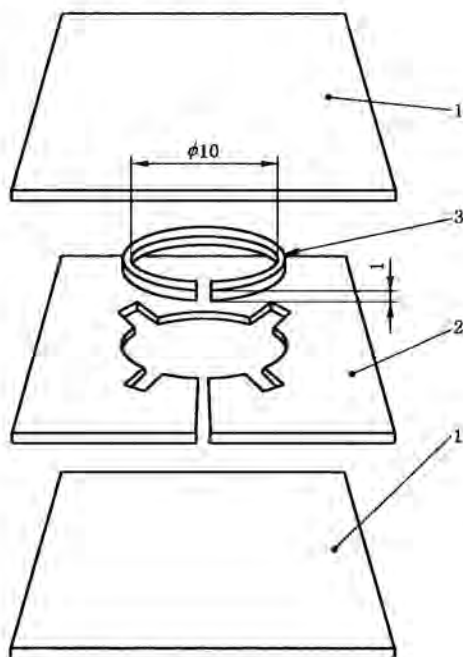
F.1.1.1 能保持 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温 and 30% 以上相对湿度的湿润箱。

F.1.1.2 备有对比率 $C_{0.70}$ 值为 0.35、0.55、0.90 的乳白色玻璃标准样数件。

对比率 $C_{0.70}$ 系由试样借助反射度为 70% 的黑色背景物对光的反射度与由试样借助相同反射度的白色背景物对光的反射度之比值。

F.1.1.3 具有防水性能、面积约为 $110\text{ mm} \times 40\text{ mm}$ 的白色聚乙烯或乙酸纤维素薄板数块。薄板上沿其长度方向印有 2 mm 宽黑色横线条,且每条相隔 3 mm。

F.1.1.4 如图 F.1 所示的模具,由一护圈板和嵌入其内的一黄铜质或不锈钢裂环组成。环约高 $1.00\text{ mm} \pm 0.03\text{ mm}$,内径约为 $10.0\text{ mm} \pm 0.3\text{ mm}$ 。



- 1——盖板;
- 2——固位板;
- 3——裂环模。

图 F.1 不透明性能及色泽对比试验,制备受试试样用的模具

F.1.1.5 在水门汀固化期间,预期将受试试样模具固定在一起的单个夹或同类夹具。

F.1.1.6 精确到 0.01 mm 的螺旋测微计或同类测微装置。

F.1.1.7 精确到 1 s 的计时器。

F.1.2 试样的制备

首先,把上述薄板置于金属盖板上,再将模具置于薄板上。然后,取淡色水门汀粉末并按制造厂商产品使用说明书的有关方法将之制成糊剂,接着将糊剂注入裂环模内。随后,先后盖上薄板及另一块金

属盖板,再将它们压紧。

待水门汀糊剂调好后 120 s 时,将模板和螺旋夹一齐放入湿润箱中。

待 1 h 后,拧开螺旋夹,取出金属板和薄板,再小心地从裂环模中取出试样,使用测微计测试受试试样的厚度,而且仅使用 $1.0\text{ mm} \pm 0.1\text{ mm}$ 厚的受试试样。随即将试样浸没在 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的去离子水或蒸馏水中,如此浸泡 7 d。

F.1.3 试验步骤

为借助两件合适的乳白色玻璃标准样比较受试水门汀试样的不透明度,应该把受试试样和标准样一同放在黑白条纹相间的聚乙烯或乙酸纤维素薄板上作一番比较,当然,在作这种对照比较之前,还应在受试试样、标准样及薄板上分别薄薄刷上一层蒸馏水。

若受试试样的不透明度介于两件标准样之间或等同于其中一件的话,则认定该受试水门汀试样经试验合格。

如能证实一种测试光反射度的器具(如光度计)其对比率 $C_{0.70}$ 的精确度达到 ± 0.02 的话,也可用之进行上述受试试样不透明度的对照比较试验。在此试验过程中,首先,将受试试样放在有光源照射、且其反射度为 70% 的白色背景物上,随即测试出受试试样的反射度 $R_{0.70}$ 。然后,再把受试试样放在相同反射度的黑色背景物上,同时使用同一种光源照射受试试样,并测试出试样的反射度 R_B 。最后,应用对比率计算公式计算出 1 mm 厚受试试样水门汀的不透明度。

$$C_{0.70} = R_B / R_{0.70}$$

$$0.35 \leq C_{0.70} \leq 0.90$$

F.2 色泽比较

F.2.1 器具

白色贴纸一张,其反射度约为 0.9,用作衬底及光扩散用。

F.2.2 试样的制备

严格按 F.1.2 所述的试验步骤制备试样,待制成后立即将试样浸没在 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的去离子水或蒸馏水中,持续浸泡 7 d。

F.2.3 试验步骤

首先,从去离子水或蒸馏水中取出受试水基水门汀试样,并用过滤纸将其表面多余的水分吸收干净。然后,将之置于作光扩散用的白色贴纸上,并按 7491# 国际标准有关规定要求的比色步骤将之同制造厂商提供的色板对照比较。如若没有提供色板的话,则受试水基水门汀试样的色泽应同制造厂商产品使用说明书中的有关说明相一致。

附录 G

(规范性附录)

酸性可溶性砷含量及铅含量的确定

G.1 试剂

色泽试验所用的试剂应系分析级的,且其铅含量低的。

G.1.1 铅含量低的浓盐酸($\rho=1.18\text{ g/mL}$)。

G.1.2 20%(体积分数)稀盐酸系由 20 mL 浓盐酸注入 80 mL 清水稀释成的。

G.1.3 去离子水或蒸馏水。

G.2 试样的制备

首先,按指定的受试水基水门汀粉、液配比取足量的粉、液,并将之调制成 3 g 水门汀糊剂。接着,将此糊剂放入一只干净的塑料袋内,并将塑料袋袋口扎紧。然后,用手把袋中的水门汀糊剂压平,使之成一片薄片,随即将此薄片置于 37℃ 的炉内,并滞留 24 h。待滞留 24 h 后,再将之放入一玛瑙研杵或研钵中,并将之研磨成细粉末。接着,称出 2 g 左右受试水门汀粉末,并将其倒入一只 150 mL 的锥形瓶内,再加入 50 mL 稀盐酸,盖上瓶盖,并将锥形瓶持续摇晃 16 h。

最后,将上述制备好的酸溶液注入一离心机,并将之作离心处理 10 min。随即,将此溶液用滴管滴入盛有受试试样的盛器内,并盖紧容器盖。

G.3 试样砷含量的试验步骤

取适量按第 G.2 章所述的制备方法制成的溶液,并用《中华人民共和国药典(2005 年版)》的方法或等效敏感度法测定受试水门汀试样的砷含量。

G.4 试样铅含量的试验步骤

取适量按第 G.2 章所述的制备方法制成的溶液,并用原子吸收法或等效敏感度法测定受试水门汀试样的铅含量。

附 录 H

(规范性附录)

X 射线阻射性的测定

H.1 器具

H.1.1 备有 1.5 mm 厚铝片滤光特性的单相牙科 X 光机,另装有合适附件、且能在 65 kV \pm 5 kV 电压下正常操作运行。

H.1.2 符合 ISO 3665 有关规定要求 D 组显、定影速率的牙科咬合 X 光胶片,且使用刚制备好的显影剂和定影剂。

H.1.3 具有等步长 0.5 mm 的厚度为 0.5 mm~5.0 mm 的铝质楔形梯级,而且楔形梯级应是独立式的。

用于制备铝质楔形梯级的铝合金的质量百分比含量应至少为 98%。其中,铜质量百分比含量小于 0.1%,铁质量百分比含量小于 1.0%。

H.1.4 能够测定 0.5~2.5 光密度范围的光密度测量计。

H.1.5 制备直径 15 mm \pm 1 mm、厚度 1.0 mm \pm 0.1 mm 试样的模具。

H.1.6 厚度 50 μ m \pm 30 μ m、透明易于照光、如聚酯一类的薄膜。

H.1.7 数块玻璃或金属质地显微镜载物台/玻璃板。

H.1.8 能保持 37 $^{\circ}$ C \pm 1 $^{\circ}$ C 恒温至少 90% 相对湿度的贮存盒。

H.1.9 精确到 0.01 mm 的螺旋测微计或同类测微计。

H.1.10 在水门汀固化期间,预期将受试试样模具固定在一起的单个夹或同类夹具。

H.1.11 1 200 目湿或干的纸砂片。

H.2 试样的制备

首先,把模具置于覆盖有薄膜的玻璃板上底面,再把按制造厂商产品使用说明制备好的稍过量水门汀受试材料注满模具。然后,将一张薄膜覆盖在模具内的材料上,再覆盖上一块玻璃板,从而借此玻璃板挤压掉过剩的材料。接着,简单拧紧上述水门汀组合件,以确保水门汀试样的厚度适中,再将此组合件放入贮存盒并使之固化 30 min。

随后,从模具内取出试样,再用测微计测定试样中心部位的厚度。试验仅仅采用厚度在 1.0 mm \pm 0.1 mm 之间的试样进行试验。如果受试试样的尺寸过大的话,可用纸砂片打磨加工直到其尺寸达到指定的厚度范围以内时为止。最后,在试验前将试样浸没在 23 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C 的去离子水或蒸馏水中,如此最多浸泡 7 d。为防止受试试样脱水,在将受试试样从水中取出 30 min 之内确定其 X 射线阻射性。

H.3 试验步骤

首先,把牙科咬合 X 光胶片置于一块厚度不小于 2 mm 的铅板上,再把受试试样及铝质楔形梯级放在 X 光胶片的中心部位。

距试样 400 mm 处,用额定电压 65 kV \pm 5 kV 的 X 光机照射,直到试样和铝质楔形梯级周围的胶片上的照相密度达到 1.5~2 之间。

注 1: 使用 10 mA 电流的光源对受试试样进行固化处理的照光时间应以 0.3 s~0.4 s 为最适宜。

待 X 光胶片经过显影、定影处理以后,使用光密度计将受试试样图像的光密度与铝质楔形梯级图像的光密度作一对照比较。

注 2: 借助于作出的一个有关每次照光铝质楔形梯级时光密度与厚度的关系曲线图,便可以不断提高测定的精确度。

H.4 试验结果的确认

注：在对 X 射线阻射性试验结果的评测认定过程中，应该记住受试试样 X 射线阻射性越高，经照光后胶片上产生的 X 光密度越低（较透明）。

应该以 X 光胶片的厚度等价地估算出铝质楔形梯级的厚度（即取铝质楔形梯级的厚度数值范围的最大值：例如，若受试试样产生薄膜厚度等同于 3.5 mm～4.0 mm 厚度铝质楔形梯级的话，则取 4.0 mm）。

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
牙 科 水 基 水 门 汀
第 1 部 分：粉/液 酸 碱 水 门 汀
YY 0271.1—2009

*

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

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 1.5 字 数 34 千 字
2009 年 12 月 第 一 版 2009 年 12 月 第 一 次 印 刷

*

书 号：155066·2-20075 定 价 24.00 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



YY 0271.1—2009